

Bewegungen der Bloch-Wände in Ultraschallfeldern

Von GOTTFRIED HAACKE* und JOHANNES JAUMANN

Mit 21 Textabbildungen

(Eingegangen am 14. April 1960)

Die Verminderung der magnetischen Hysteresis durch Schall ist lange bekannt. Eine vorzeitige Aussage der Barkhausen-Sprünge durch magnetotribe Schwingungen der Bloch-Wände im Schall liegt nahe. Ziel der vorliegenden Arbeit ist es, Hilfe Bitterscher Streifen auf Nickel-Einkristallen an Wände sichtbar zu machen und daran Beweisen in Ultraschallfeldern zu untersuchen.

Im jedoch den Einfluß dieser Bewegungen auf das oskopische Hysteresisverhalten deuten zu können ist es notwendig, dieses wenigstens im statistischen Sinne quantitativ auf lokale Wandbewegungen „Mikrohysteresisschleifen“ — zurückzuführen. Im Ziel dient der erste Teil der Arbeit. Im zweiten wird der Ultraschalleinfluß auf die verschiedenen Wandbewegungsformen und Wandarten untersucht.

Experimentelles

Die Nickel-Einkristalle von 12 bis 15 mm Durchmesser wurden in gereinigtem Wasserstoff bei Atmosphärendruck mit einer Geschwindigkeit von 10 bis 15 m/Std in [111]-Richtung aus der Schmelze gegossen. Als Ausgangsmaterial diente 99,5%iges Nickel (Firma E. Merck, Darmstadt).

Zur Sichtbarmachung der Bloch-Wände erfolgte eine elektrolytische Politur der Proben erfolgte bei Raumtemperatur in 40%iger Phosphorsäure — undichte etwa 4 Amp/cm². Nach der elektrolytischen Politur wurden die Proben 3 Std bei 1250° C in reinem Wasserstoff gegläht. Zur Herstellung einer Eisenoxyd-Suspension wurde das von ELMORE [1] bekannte Rezept verwendet.

Abb. 1 zeigt die benutzte Anordnung von Ultraschallquarz (1 MHz) und Elektromagnet. Die Proben haben parallelogrammförmige Gestalt (12 × 6 × 2 mm). Durch werden komplizierte Randabschlußzirkel eingezeichnet. Die Orientierung ist der Abbildung zu entnehmen.

Die hier auftretenden Wände verlaufen senkrecht zur Probenoberfläche, und der Vergleich der mikroskopischen und makroskopischen Magnetisierungsversuche zeigt, daß die Wände — wenigstens im Mittel — durch die ganze Probe laufen. Die Beschallung erfolgt durch die Schallschwingungen, liegt wie die Abb. 1 genau in Richtung der Wände. Die Schallwellenlänge (0,6 cm) ist groß gegenüber der Probe. Es handelt sich also um eine quasistationäre Dickenresonanz der Kristalle.

Die spontanen örtlichen Magnetisierungsrichtungen liegen in der (110)-Ebene senkrecht zu den Schallschwingungen. Aus Symmetriegründen ist bei dieser Versuchsanordnung eine Wandbewegung nicht zu

erwarten. Das geschieht erst über die Wechselwirkungen mit inneren Spannungen, welche für das stets vorhandene Wandmuster (Abb. 3) verantwortlich sind. Die Größe der inneren Spannungen ergibt sich aus der Anfangspermeabilität zu etwa 0,9 kp/mm².

Das in den Proben herrschende Magnetfeld wurde ballistisch mit einem sehr kleinen starren magnetischen Spannungsmesser bestimmt [2], [3]. Mit einem hochempfindlichen Zernicke-Galvanometer konnten noch

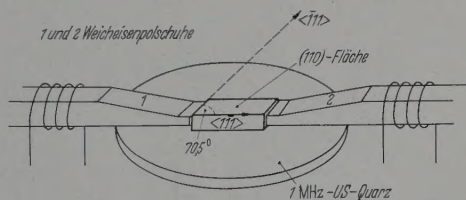


Abb. 1. Anordnung von Probe, US-Quarz und Elektromagnet während der Messungen

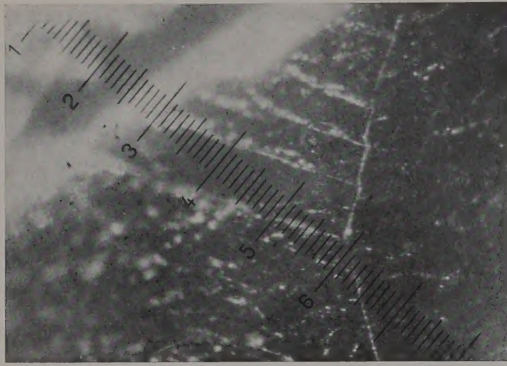
Feldänderungen von 0,25 Oe gemessen werden. Die pauschale Magnetisierung B in der Probe wurde durch stufenweise Erregung längs der Nullkurve und verschiedener Hysteresisschleifen ballistisch als Funktion des Erregerstromes gemessen. Dieser diente nachher bei identischer magnetischer Vorgeschichte des Kreises als Maß von B , da die Meßwicklung um die Probe bei der Beschallung und Beobachtung der Bitterschen Streifen hinderlich ist.

Die Wandbewegungen werden durch die mit ihnen verbundene Entmagnetisierung beeinflusst. Deshalb wurde ein möglichst gut geschlossener magnetischer Kreis benutzt. Vollständig streufrei ist die Anordnung aber nicht, und deshalb wurde in einem dritten Teil der Arbeit noch ein orientiert aus dem Einkristall herausgearbeiteter Rahmen, wie ihn zuerst WILLIAMS und BOZORTH [4] anwendeten, benutzt. Die Ergebnisse sind aber identisch mit den Messungen im Joch.

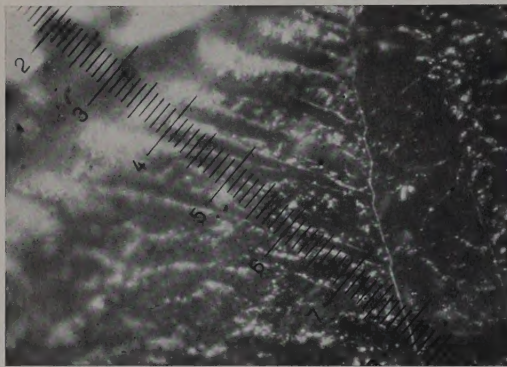
Zur Bestimmung der Schallwechseldruckamplitude wurde auf die Probenoberfläche ein 10 MHz-Quarz einseitig aufgeklebt, so daß er mit der Probe einen Schwinger bildete. Die höchsten angewandten Schallamplituden waren 9 kp/cm².

Bewegungen der Bloch-Wände im Magnetfeld

Zur Charakterisierung des Verhaltens der Wände im Magnetfeld wurden für einzelne Bloch-Wände „Mikrohysteresisschleifen“ aufgenommen. Darunter soll die mit einem Okularmikrometer gemessene Bloch-Wandlage als Funktion der magnetischen Feldstärke verstanden sein. Auf diese Weise kann jeder einzelne Barkhausen-Sprung registriert werden, da er sich in einem plötzlichen Verschwinden der Wand



a



b

Abb. 2a u. b. Dreieckförmiger Abschlußbezirk am Probenrand. a $H = 0$ Oe; b $H = 11,6$ Oe

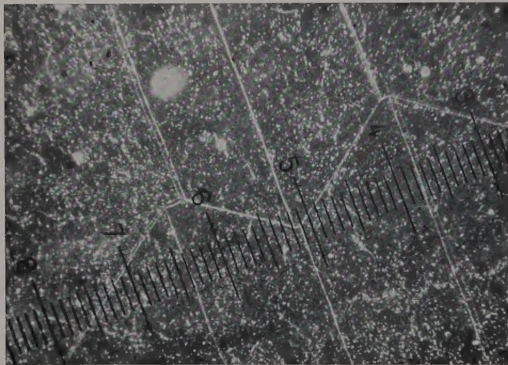


Abb. 3a. Zickzackförmige 180° -Wand mit 110° -Wänden. Es sind zwei Zustände übereinanderphotographiert, wobei das Feld in Richtung H' (s. Abb. 3b) zeigt. 1 und 2 (Abb. 3b) sind unbeweglich (Néelsche Bedingung); 1 Skt = $14,3 \mu$

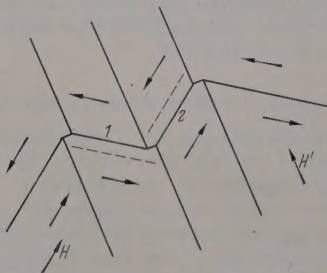


Abb. 3b. Skizze zur Verteilung der Magnetisierungsvektoren und der Richtung der angelegten Felder bei Abb. 3a

und einem Auftauchen an anderer Stelle bemerkbar macht.

Die von NÉEL betonte Bedingung, daß die Normalkomponenten der Magnetisierung benachbarte Bezirke beim Fehlen starker innerer Verspannung stetig durch die Wand gehen müssen, gilt nicht nur für den entmagnetisierten Zustand, sondern bleibt zunächst auch für ein wachsendes äußeres Feld bestehen. Dies ergibt sich aus zahlreichen Photographien, die von verschiedenen Wandkonfigurationen bei verschiedenen magnetischen Feldstärken aufgenommen wurden. Folglich können sich an bestimmten Punkten zusammenstoßende Wände nicht unabhängig voneinander bewegen.

Die Winkel, unter denen die einzelnen Wände zusammenlaufen, müssen in kleinen und mittleren Feldern erhalten bleiben, so daß sich ein „Hängenbleiben“ einzelner Wände an anderen beobachten läßt. Dieser Effekt beeinflusst nicht nur die Beweglichkeit der Wände, sondern er kann auch die Ursache großer Barkhausen-Sprünge sein.

Die einfachste Wandanordnung wäre in der gewählten Probenform 180° -Wände parallel der Langseiten. Dann müssen sich an den freien Rändern dreieckförmige Abschlußbezirke [5] aus 70° - und 110° -Wänden aufbauen. Eine solche Anordnung konnte nur auf einer Probe beobachtet werden (s. Abb. 2a). Die Wandanordnung in allen anderen Proben zeigt Abb. 3.

Aus den beiden Mikromagnetisierungskurven (Abb. 4) ist der große Unterschied zwischen den Beweglichkeiten einer nach Abb. 3 (Kurve A) und Abb. 3 (Kurve B) durch den Kristall laufenden 180° -Wand entnehmen. Abb. 2b zeigt die Ursache für den zu Verschieben der 180° -Wand erforderlichen großen Arbeitsaufwand. Der dreieckförmige Abschlußbezirk deformiert sich, so daß zur Überwindung der dadurch auftretenden Streufelder vom äußeren Feld Arbeit geleistet werden muß. Die große Beweglichkeit der nach Abb. 3 durch den Kristall laufenden 180° -Wand (Feld in Richtung H) wird zum Teil durch Korrekturbewegungen der kreuzenden 110° -Wände bedingt, wodurch die Winkel an den Kreuzungspunkten erhalten bleiben. Ferner stößt die 180° -Wand am Rand auf eine Abschlußkonfiguration, die Abb. 2b zeigt. Abb. 6 veranschaulicht den Mechanismus, durch den die Wand 1 dort eine große Beweglichkeit erlaubt. Bei den Wandlagen bei den Feldstärken 1,2 Oe und 1,3 Oe übereinanderphotographiert. Die schwächeren Linien entsprechen der höheren Feldstärke. Durch eine einfache Korrekturbewegung der 110° -Wand 2 kann sich der in die Probe laufende Teil der 180° -Wand 1 ungehindert bewegen. Die Normalkomponenten der Magnetisierung sind also an den Bloch-Wänden weiterhin stetig. Bei höheren Feld-

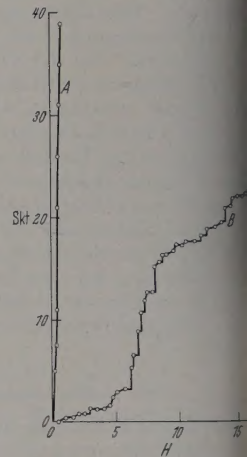


Abb. 4. Mikromagnetisierungskurven für zwei 180° -Wände mit verschiedenen Abschlußkonfigurationen am Probenrand; 1 Skt = $4,8 \mu$

n beteiligen sich auch die kürzeren 110° -Wände. In den Stellen *A* auftretenden Streufelder werden kleine — auf der Photographie nicht erkennbare — Spieße reduziert (siehe z. B. [6], Abb. 2c). Die Aufnahmen geschlossener Mikrohysteresis-Schleifen von 180° -Wänden erfordert größte Sorgfalt. In einem sorgfältigen Entmagnetisieren wird die Probe zunächst zehnmals mit gleichbleibender Magnetisierungsgeschwindigkeit durchlaufen. Bei der

sind große Sprünge von durchschnittlich 30 bis $60\ \mu$ zu erkennen. Auf Proben, in denen die Wände nicht über die ganze Oberfläche laufen — meist durch innere Spannungen bewirkt — kann man oft noch ganz kleine Sprünge von etwa $2\ \mu$ beobachten.

Eine Ursache für die mittleren Barkhausen-Sprünge ist das in der Literatur — z. B. [7] — schon mehrfach behandelte Hängenbleiben der 180° -Wände an Néel'schen Spießen. Die Länge der von uns beobachteten



Abb. 5b. Tannenbaumähnliche Abschlußkonfiguration am Probenrand; 1 Skt = $14,3\ \mu$

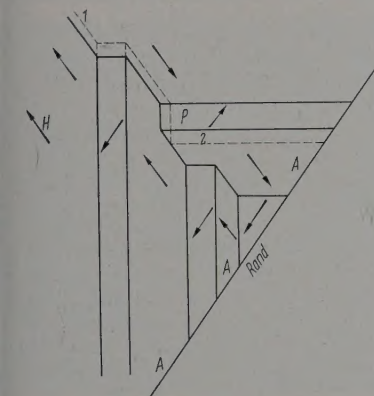


Abb. 5b. Anordnung der Magnetisierungsvektoren in Abb. 5a

Bei der Messung müssen die Feldänderungen langsam erfolgen, damit bei Einsetzen eines Barkhausen-Sprunges eine weitere Änderung des Magnetfeldes sofort gestoppt wird. In Abb. 7 ist die Hystereseschleife der 180° -Wand von Abb. 3 aufgenommen in Richtung *H*. Die Kreuze stellen Meßpunkte des zweiten Umlaufes dar und zeigen die Reproduzierbarkeit der Schleifen. Die Abb. 7 ist ein Repräsentant für die Mikroschleifen aller 180° -Wände, die in der Art der Abb. 3 ungestört durch die Probe laufen, die an keiner zusätzlichen Wandkonfiguration

hängen. Eine Analyse der vorliegenden Schleife zeigt, daß sie zum größten Teil aus Barkhausen-Sprüngen besteht. Reversible Bewegungen — durch schräge Verengungslinien zwischen zwei Meßpunkten gekennzeichnet — treten nur selten auf. Aus der Abb. 7 lassen sich zwei Gruppen von Barkhausen-Sprüngen unterscheiden. Die Mehrzahl besteht aus mittleren Sprüngen einer Sprungweite von etwa $10\ \mu$. Daneben

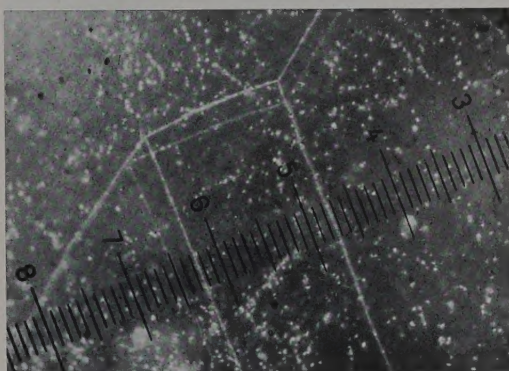


Abb. 6. Vergrößerter Bildausschnitt von Abb. 5 an der Stelle *P*; 1 Skt = $4,8\ \mu$

Spieße an den Fremdkörpern schwankt zwischen 10 und $225\ \mu$. Sie ist in dem untersuchten Feldstärkebereich von etwa 1 Oe nahezu feldstärkeunabhängig. Die Spieße werden von den 180° -Wänden zu Schläuchen

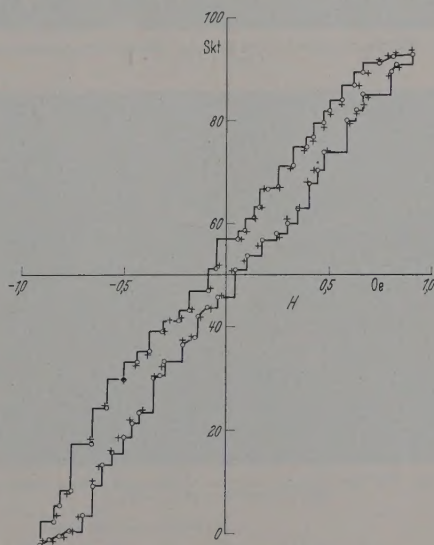


Abb. 7. Mikrohystereseschleife einer 180° -Wand; 1 Skt = $4,8\ \mu$

bis etwa dem 1,5fachen ihrer ursprünglichen Länge ausgezogen und reißen dann ab: Sprungweite der 180° -Wände etwa $10 \pm 5\ \mu$.

Dieser Prozeß reicht nicht aus, um alle mittleren Barkhausen-Sprünge zu erklären. Für die Zahl der Fremdkörper mit Spießen wurde ein Mittelwert bestimmt, indem wir wiederholt nach Auszählen den Kristall elektrolytisch um eine gemessene Dicke abpoliert und dann die Zahl der Fremdkörper erneut

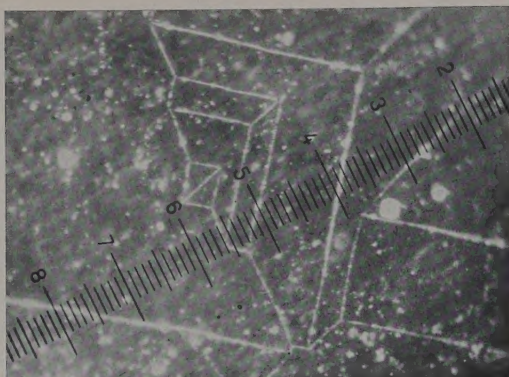


Abb. 8. Durch innere Spannungen induzierte Wandkonfiguration;
1 Skt = 14,3 μ

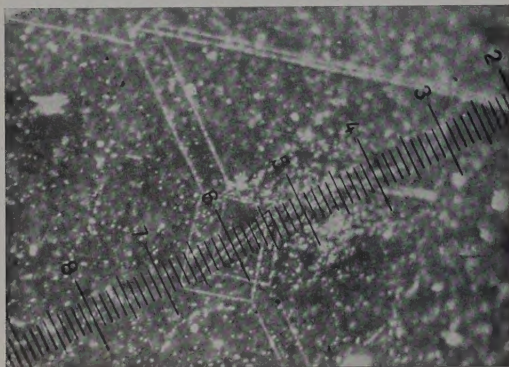


Abb. 9. Wandanordnung an einem künstlich erzeugten Spannungszentrum;
1 Skt = 4,8 μ

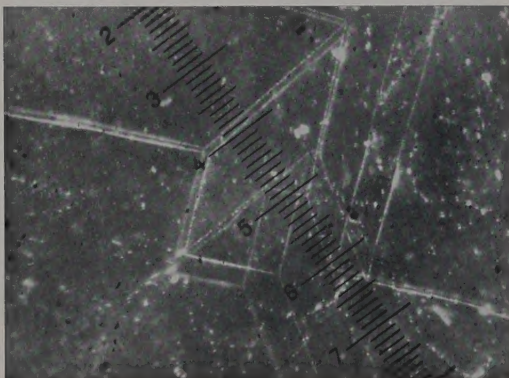


Abb. 10a. Wandbewegungen, die zum Ablauf eines großen Barkhausen-Sprunges führen; 1 Skt = 4,8 μ

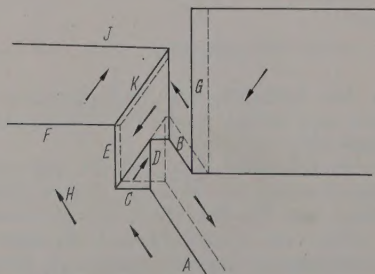


Abb. 10b. Verteilung der Magnetisierungsvektoren in Abb. 10a

gezählt haben. Die Zahl der gemessenen Barkhausen-Sprünge von 180° -Wänden übertraf die Zahl der an Spießen erkennbaren Fremdkörper in einem Kristall um das Doppelte. In einem zweiten Kristall ergab sich ein Unterschied um den Faktor 2,5.

Folgender Mechanismus wurde als weitere Ursache festgestellt. Bei der Bewegung einer 180° -Wand bildeten sich an manchen Stellen spontan zusätzliche Wandkonfigurationen (s. Abb. 8), die sich im Laufe weiterer 180° -Wandbewegung verändern und plötzlich wieder verschwinden. Das Verschwinden der Wandanordnung ist mit einem mittleren Barkhausen-Sprung der 180° -Wand verbunden. Diese zusätzlichen Konfigurationen traten bei einer größeren Aussteuerung der Mikroschleifen meist nicht mehr auf. Daraus ist zu schließen, daß die Ursache für diese Bezirke in Spannungszentren von der Größenordnung magnetischer Spannungen zu suchen ist. Abb. 9 soll dies beweisen. Hier wurde die Oberfläche des Kristalls durch Aufdrücken eines Stecknadelkopfes lokal deformiert. Das Zentrum der Verspannung ist an der verstärkten Kolloidablagerung zwischen Skt 45 und 50 zu erkennen. Bei Annäherung der schräg durch das Bild laufenden 180° -Wand bildeten sich zwei dreieckförmige Bezirke. Ihre Magnetisierung zeigt in Richtung einer vom Zentrum ausgehenden Druckspannung. In Abb. 9 sind zwei Zustände bei verschiedenen Feldstärken übereinanderphotographiert. Je näher die 180° -Wand an das Zentrum kommt, um so mehr verkleinern sich die Zusatzbezirke, wobei die in den peripheren verformten Teil hineinragenden Wände verschwinden.

Die Ursache für die erwähnten großen Barkhausen-Sprünge ist ebenfalls im plötzlichen Verschwinden oder Verändern von zusätzlichen Bezirkskonfigurationen zu suchen. Bei der gewählten Probenform gibt es im unverspannten Zustand zwei magnetische Vorzugsrichtungen. An den Zusammenstoßpunkten dieser Richtungen in Probenbereichen verschiedener Vorzugsrichtung bilden sich Bezirke, die einen streufeldlosen Übergang ermöglichen. Die Abb. 10 und 11 zeigen, wie eine solche Konfiguration Anlaß zu großen Barkhausen-Sprüngen geben kann. Durch die lange 180° -Wand A wird die 180° -Wand B gezwungen, der Wirkung des äußeren Feldes entgegenzulaufen. Die 70° -Wand G unterstützt diese Bewegungsrichtung. Abb. 10 zeigt zwei Zustände, die durch eine Felderhöhung um 0,4 Oe auseinander hervorgehen. Die Bewegung von B bedeutet den Aufbau eines energetisch ungünstigen Zustandes. Eine weitere Felderhöhung um 0,1 Oe läßt an B zwei neue, günstig orientierte Bezirke entstehen (Abb. 11). Damit ist ein Sprung von A um 20 μ verbunden. In Abb. 11 ebenfalls neugebildete Spieß bei CE wird durch die 110° -Wand I bewirkt, die am Rand festhängt. Eine weitere Felderhöhung bis auf 0,83 Oe läßt alle Wände reversibel weiterlaufen. Felderhöhung auf 0,9 Oe bewirkt einen großen Barkhausen-Sprung der Wand A um 35 μ , wobei sich eine völlig neue Wandanordnung bildet (Abb. 11 b).

Die langen 180° -Wände — bis zu 10 mm lang — bestimmen im Anfangsteil der Magnetisierungskurven den Magnetisierungsablauf, sofern das angelegte Feld ihnen parallel läuft. Kurze 180° -Wände — unterhalb 1 mm —, die zwischen komplizierteren 70° - und 110° -Wandkonfigurationen hängen, zeigen unübersichtliche sich überschneidende Mikroschleifen. Die langen

Wände führen in kleinen Feldern nur eine Art elekturbewegung aus, die den langen 180° -Wänden große Beweglichkeit erlaubt. Barkhausen-Sprünge werden selten beobachtet. In Abb. 12 ist die Schleife einer 110° -Wand und einer 180° -Wand nahe dem Sättigungspunkt dargestellt. Neben dem Fehlen von Sprüngen ist zu beachten, daß die Bewegungsrichtung der 110° -Wand nicht immer der Wirkungsrichtung des Feldes folgt.

Erst wenn in „großen“ Feldern (10 bis 40 Oe) die 180° -Wände verschwunden sind, bestimmen die durch

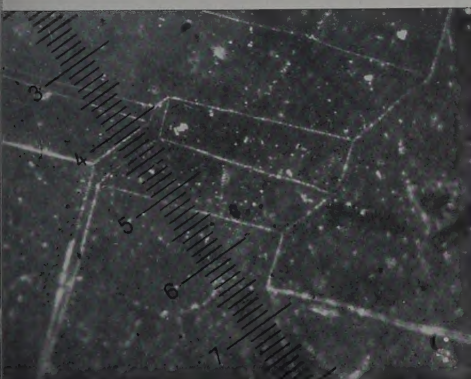
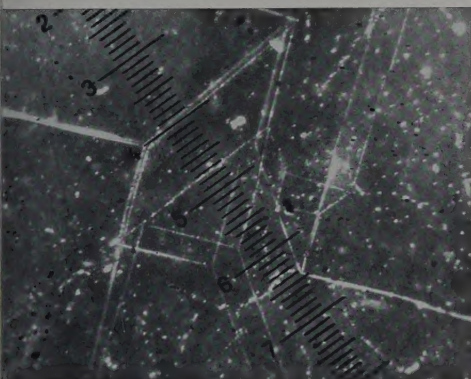


Abb. 11a u. b. Mechanismus eines großen Barkhausen-Sprunges;
1 Skt = $4,8 \mu$

ganzen Kristall laufenden 110° -Wände den weiteren Magnetisierungsablauf. Abb. 13 und 14 zeigen entsprechende Mikrohysteresisschleifen. Barkhausensprünge treten nicht mehr auf. Die Spieße bilden keine Ausnahme für die Bewegungen der 110° -Wände. Sie sind in großen Feldern auf 5μ verkürzt. Die an Spannungszentren auftretenden Konfigurationen werden in diesen Feldstärkenbereichen nicht mehr beobachtet. Die Breite der Mikro Schleifen der 110° -Wände geht mit der pauschalen Koerzitivkraft.

Abb. 13 entspricht eine gemessene Koerzitivkraft von 2,8 Oe, Abb. 14 eine von 2,8 Oe. Der Kristall, an dem letztere Koerzitivkraft gemessen wurde, zeigte teilweise gekrümmte Bloch-Wände (s. Abb. 16).

Es ist sicher zu sein, daß die beobachteten Erscheinungen nicht nur Oberflächeneffekte sind, wurden mikroskopische Messungen und ballistisch durchgeführte makroskopische Messungen verglichen. Der Vergleich wurde erstens bei hohen Feldstärken durchgeführt, wo nur noch parallele 110° -Wände existieren.

Zweitens ließen sich noch Messungen um den Nullpunkt für den Vergleich verwenden, weil hier nur die Bewegungen der langen 180° -Wände maßgebend sind.

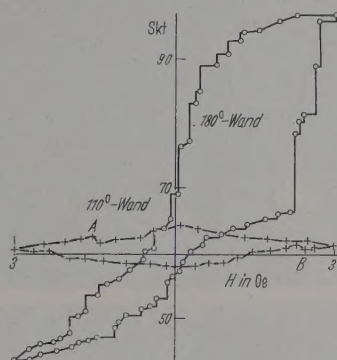


Abb. 12. Mikrohystereseschleifen einer 180° -Wand und einer 110° -Wand;
1 Skt = $4,8 \mu$

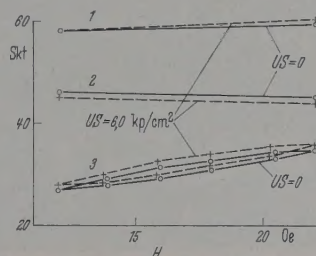


Abb. 13. Mikro Schleifen von drei parallel laufenden 110° -Wänden mit und ohne Ultraschall; 1 Skt = $14,3 \mu$

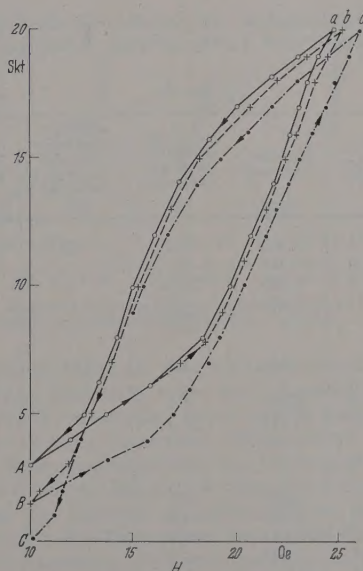


Abb. 14. Mikro Schleife einer 110° -Wand bei verschiedenen Schallintensitäten; 1 Skt = $4,8 \mu$

Sorgfältiges Entmagnetisieren ist Voraussetzung für brauchbare Ergebnisse. Zur Berechnung der gesamten Magnetisierungsänderung bei kleinen Feldstärken wurde die Annahme gemacht, daß die langen 110° -Wände gleichen Abstand haben, die aufeinanderfolgenden verschieden orientierten 180° -Wandstücke



Abb. 15. Abreißen zweier Schläuche von einer 180° -Wand nach Beschallung mit $6,2 \text{ kp/cm}^2$; 1 Skt = $4,8 \mu$

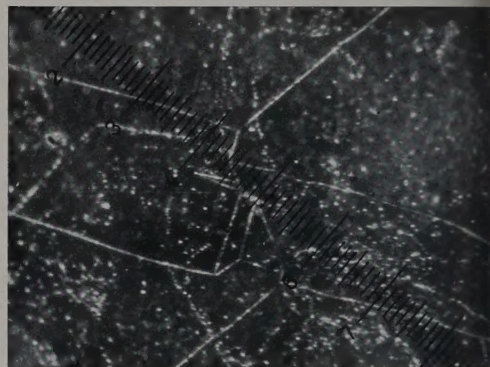
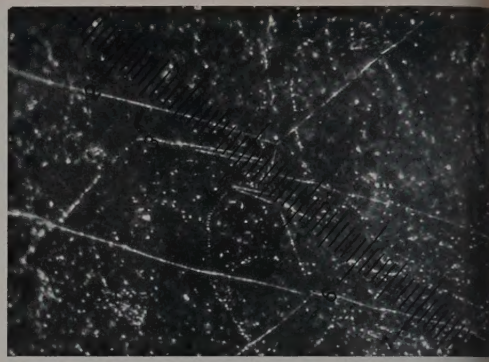


Abb. 16a u. b. Entstehung einer neuen Wandanordnung an einem Spannungszentrum nach Beschallen; 1 Skt = $4,8 \mu$

somit gleich lang sind. Die Tabelle zeigt die Ergebnisse der an einer Probe durchgeführten Messungen.

Tabelle

Wandart	Wandnummer	Wandverschiebung [mm]	Berechnete Magnetisierungs- änderung [G]	Ballistisch gemessene Magnetisierungs- änderung [G]	Feld- änderung [Oe]
180°	1	0,052	4,2	48	+ 0,9 bis - 0,9
180°	2	0,106	9,7		
180°	3	0,229	20,9		
180°	4	0,031	2,8		
			37,6		
110°	1	0,014	1,5	115	+ 12,0 bis + 22,0
110°	2	0	—		
110°	3	0,021	2,3		
110°	4	0,114	12,3		
110°	5	0,090	9,7		
110°	6	0	—		
110°	7	0	—		
110°	8	0,083	9,0		
110°	9	0,188	19,3		
110°	10	0,137	14,9		
110°	11	0,062	6,7		
110°	12	0,014	1,5		
110°	13	0,078	8,4		
110°	14	0	—		
110°	15	0,104	11,3		
110°	16	0,055	5,1		
			102,0		

Die Übereinstimmung der mikroskopischen mit den makroskopischen Werten ist befriedigend. Der mikroskopisch bestimmte Wert für die 180° -Wände ist um

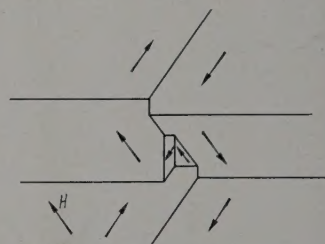


Abb. 16c. Verteilung der Magnetisierungsvektoren in Abb. 16b

den Faktor 1,28 kleiner als die ballistisch gemessene Magnetisierung. Die Übereinstimmung bei den 110° -Wänden ist erwartungsgemäß besser — Faktor 1,

Der Einfluß des Ultraschalls auf die Bloch-Wände

Das vorzeitige Auslösen von Barkhausen-Sprüngen durch Ultraschall erkennt man auf Abb. 15 und 16. In diesem Zweck wurde ein bestimmter Sprung durch Umlauf in einer kleinen Magnetisierungsschleife wiederholt ausgelöst. Die labile Grenzlage ist dann genau bekannt, ebenso die zugehörige auslösende Feldstärke. Der Schall löst den Sprung schon um einen bekannten Betrag unter dieser Grenzfeldstärke aus.

Abb. 15 zeigt das Abreißen zweier Schläuche nach Beschallung mit 1 MHz-Ultraschall. Abb. 16 zeigt den bereits besprochenen Mechanismus, der an Spannungszentren das Auftreten neuer Bezirke bewirkt. Die Beobachtung ergibt, daß die durch Abreißen von Schläuchen oder Verschwinden einer zusätzlichen Wandkonfiguration hervorgerufenen „Schallsprünge“

er Mehrzahl der Fälle die Größe der durch eine Erhöhung bewirkten Barkhausen-Sprünge erkennen. Daneben treten häufig kleine Schallsprünge, die wie die entsprechenden magnetisch ausgeprägten zwischen 2 und 5μ liegen, und für die keine mittelbare Ursache (Spieße etc.) nachweisbar ist. Wir untersuchen zunächst den Einfluß des Schalls auf die 180° -Wände. Es konnten nur irreversible Bewegungen der 180° -Wände im Schallfeld festgestellt werden. Mögliche reversible 180° -Wandbewegungen konnten nicht zu beobachten, da der Ultraschall die Probe und Deckglas befindliche Suspension durcheinander wirbelt und die Bitterschen Streifen zum Verwischen bringt. Erst nach Abschalten des Schalls konnte festgestellt werden, ob die Wände irreversibel verschoben sind.

Wie an 180° -Wänden beobachteten Schallsprünge laufen stets in die vom Magnetfeld vorgegebene Richtung. Zum Auslösen eines Sprungs genügt ein zeitiges Einschalten des Schalls. Eine anschließende Beschallung mit erhöhter Schallintensität kann zu weiteren Sprüngen auslösen. Ändert man während der Beschallung das Magnetfeld, indem vollständige Mikroschleifen mit gleicher Feldaussteuerung durchlaufen werden, so erhält man Kurven nach Abb. 17. Jede Schleife besteht nur aus vier Meßpunkten, da zur Aufnahme eines Meßpunktes der Schall abgeschaltet werden muß. Jede Schleife wird vor der Messung des Ausbaus eines stationären Zustandes fünfmal durchlaufen. Abb. 17 zeigt, daß mit wachsender Schallintensität die Wandverschiebung bei konstanter Feldaussteuerung in Übereinstimmung mit der makroskopischen Magnetisierung wächst. Der Zuwachs entspricht mit der Größe der Feldaussteuerung zu, aber in übersichtlicher Weise.

Das Verhalten der 110° -Wände wird wieder bei hohen Feldstärken nach Verschwinden der 180° -Wände untersucht. Das Fehlen von Barkhausen-Sprüngen bedingt auch das Fehlen von Schallsprüngen. Daß der Schall trotzdem irreversible 110° -Wandbewegungen verursacht, ersieht man aus Abb. 13 und 14. In Abb. 14 wird zunächst ausgehend vom Punkt A eine vollständige Mikroschleife über a bis b und zurück nach A durchlaufen. Bei einer anschließenden Erhöhen der Beschallung mit $4,8 \text{ kp/cm}^2$ führt die Schleife A über b nach B und von dort bei einer Erhöhung der Schallintensität auf $6,7 \text{ kp/cm}^2$ über c nach C. Die gleichen Meßpunkte trotz Dauerbeschallung werden wir der Tatsache, daß sich an den Bloch-Wänden in hohen Feldern wesentlich mehr Fe_3O_4 -Mikropartikel ansammeln und auch fester haften. Der von der 110° -Wand überstrichene Bereich nimmt im vorliegenden Fall mit wachsender Beschallung bei gleicher Feldaussteuerung ab. Die mittlere Lage erleidet jedoch eine irreversible Verschiebung in der Richtung des Magnetfeldes (vgl. Abb. 13).

Da es die große Stabilität der Kolloidansammlungen an den Wänden in hohen Feldern erlaubt, die Wände auch während der Beschallung zu beobachten, konnten reversible 110° -Wandbewegungen im Schallfeld nachgewiesen werden. Die Ergebnisse der Messungen sind in Abb. 18 dargestellt. Bei einer magnetischen Feldstärke von 25 Oe befindet sich die betrachtete Wand bei Skalenteil 34. Beschallung der Probe mit einer Intensität von $3,2 \text{ kp/cm}^2$ läßt die Wand bis Skalenteil 35 laufen, und zwar nicht momentan, sondern im

Laufe von einigen Sekunden. Nach Abschalten des Schalls läuft die Wand auf Skt 34,5 zurück. Auch beim Zurücklaufen ist eine deutliche Relaxation zu beobachten. Man kann nun beliebig oft beschallen und erreicht stets, daß die Wand reversibel bis Skt 35 läuft, um nach Abschalten bis 34,5 zurückzulaufen. Erst nach einer Erhöhung der Schallintensität ist die Wand bis Skt 36 vorgerückt. Erniedrigen wir nun

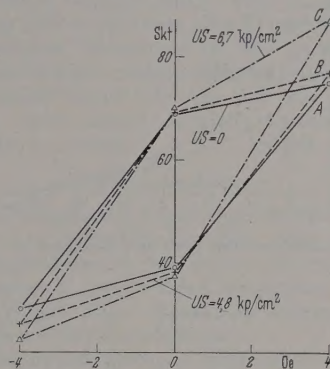


Abb. 17. Mikroschleife einer 180° -Wand bei verschiedenen Schallintensitäten; 1 Skt = $4,5 \mu$

das Magnetfeld auf $23,5 \text{ Oe}$, so kehrt die Wand in ihre Ausgangslage zurück und der Vorgang kann wiederholt werden.

Zur Identifizierung der Ursache des Relaxationseffekts ist es wichtig, den zeitlichen Verlauf der Relaxation zu kennen. Die Meßmethode besteht darin,

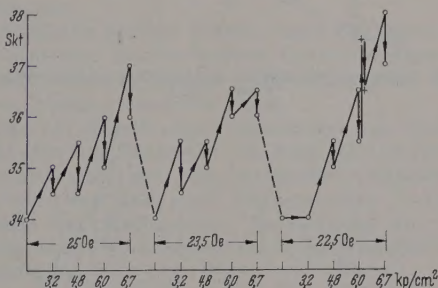


Abb. 18. Reversible und irreversible Bewegungen einer 110° -Wand unter dem Einfluß von Ultraschall verschiedener Intensität; 1 Skt = $4,8 \mu$

während oder nach der Beschallung in bekannten Zeitabständen kurzzeitig einen hochempfindlichen Film zu belichten. Auswertbar waren nur die nach Abschalten des Schalls belichteten Bilder. Zwei repräsentative Messungen zeigt Abb. 19. Der zeitliche Verlauf und die Größe der Relaxation stimmen im wesentlichen mit der von RICHTER an Carbonyl-Eisen gefundenen überein [8]. Ein Unterschied besteht allerdings in der Art der Auslösung. RICHTER benutzte eine Änderung des äußeren Magnetfeldes, wir das An- bzw. Abschalten von Ultraschall. In einer weiteren Arbeit [9] konnte RICHTER eine gute Übereinstimmung von magnetischer und mechanischer Relaxation nachweisen. Daraus schließen wir, daß die von uns beobachtete Relaxation und somit auch die reversiblen 110° -Wandbewegungen im Schallfeld durch schalldruckartige, einseitig gerichtete mechanische Spannungen hervorgerufen werden.

Wir haben auch versucht, unter sorgfältigster Vermeidung von Bearbeitungsspannungen Rahmenkristalle aus Nickel herzustellen. Das parallelogrammförmige Loch wurde z. B. mit einem feinen Elektrolytstrahl anodisch ausgeätzt und die Probe 26 Std bei

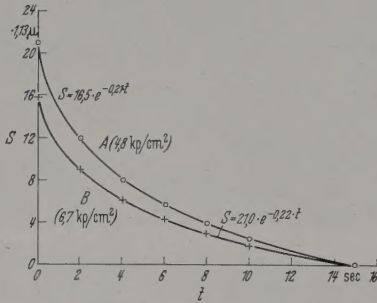


Abb. 19. Relaxation einer 110°-Wand nach Abschalten des Ultraschalls

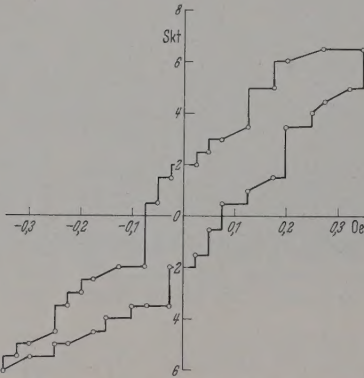


Abb. 20. Vollständige Mikroschleife einer 180°-Wand des Rahmenkristalls;
1 Skt = 4,8 μ

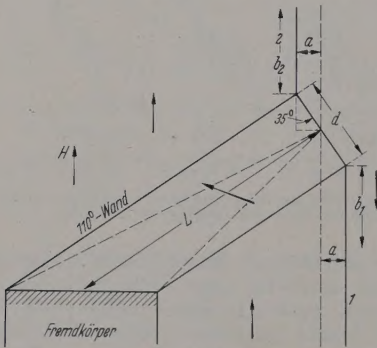


Abb. 21. Zur Berechnung des Abreißens eines Schlauchs unter dem Einfluß von Ultraschall

1250° C geglüht. Trotzdem zeigten die Rahmen nur die „normale“ Wandstruktur von Fig. 3. Auch eine Abkühlung von 1250° C im Magnetfeld eines senkrecht durch das Loch gesteckten Stromleiters mit einer mittleren Feldstärke von 15 Oe ergab kein anderes Ergebnis. Die pauschale Hysteresisschleife des Rahmens zeigte aber, daß die inneren Spannungen nunmehr auf 0,3 kp/mm² verringert sind. Abb. 20 zeigt die Mikrohysteresisschleife einer 180°-Wand im Rahmenkristall. Sie unterscheidet sich innerhalb der Fehlergrenzen nicht von den Messungen im Joch.

Diskussion

Die reversiblen Wandbewegungen der 110°-Wände und ihre Relaxation legen die Hypothese eines einseitig in Richtung des Magnetfeldes wirkenden Druckes auf die Wand nahe. Der Vergleich mit der magnetischen Beweglichkeit der Wände liefert seine Größe

$$p = \frac{H \cdot J_s}{2 \cdot \lambda_{111}}$$

Die Feldstärke H , die nötig ist, um die gleiche Verschiebung einer 110°-Wand zu bewirken wie durch Ultraschall von 9 kp/cm² Amplitude, liegt bei den benutzten Schallintensitäten in der Größenordnung von 1 Oe. Damit wird $p = 9$ kp/cm². Dieser Zahlenwert liegt überraschend nahe den benutzten Schallwechseldruckamplituden. Damit läßt sich natürlich nicht sagen, daß der reine Schallwechseldruck die beobachteten Schalleffekte bewirkt, denn keine Beobachtung deutet auf Schwingungen der Wände. Die präzise Aussage lautet vielmehr, daß der Ultraschall auf die 110°-Wände wie eine statische Druckspannung von der Größenordnung der Schallwechseldruckamplitude wirkt.

Ein unmittelbarer Schalleinfluß auf die 180°-Wände hingegen ist unwahrscheinlich, da infolge der Antiparallelität der Magnetisierungsvektoren der angrenzenden Weißschen Bezirke eine 180°-Wand weder durch Zug- noch durch Druckspannungen bewegt werden kann. Es ist aber möglich, die mittleren und großen Barkhausen-Sprünge durch den primären Einfluß des Ultraschalls auf die 110°- und 70°-Wände zu erklären. Wir wollen das für das Ausziehen der Néel'schen Spieße betrachten.

In der Abb. 21 ist skizziert, wie der Schall zunächst die 110°- bzw. 70°-Wände der beiden Schlauchzungen zusammendrückt und dadurch die 180°-Wand abreißen kann. Die Wandanordnung ist durch die Energiebilanz: Feldenergie der 180°-Wand, Wandenergie der Schlauchs, Entmagnetisierungsenergie des Streifenfeldes des ellipsoidisch zusammengedrückten Schlauchs und der Arbeit des hypothetischen Schalldrucks bestimmt. Die Rechnung ergibt:

$$p = \frac{9,1}{\pi \cdot \lambda_{111}} \cdot \left[\frac{K}{6} \left(\frac{\pi \cdot d \cdot J_s}{L} \right)^2 \left(\ln \frac{4L}{d} - 1 \right) + \frac{0,6 \cdot H \cdot J_s}{L \cdot d} (b_1 \cdot d - b_2^2) \right]$$

K ist in [5] definiert. Bei einem 70°-Schlauch nimmt an die Stelle von 9,1 der Faktor 7,1. Aus Abb. 15 entnehmen wir für den 110°-Schlauch die Werte $d = 7,1 \cdot 10^{-4}$ cm, $L = 1,1 \cdot 10^{-2}$ cm, $b_1 = 1,9 \cdot 10^{-2}$ cm. Das äußere Magnetfeld beträgt 0,1 Oe. Für b_2 entnehmen wir aus den gemessenen Mikroschleifen der 180°-Wände den Mittelwert $9 \cdot 10^{-3}$ cm. Damit folgt $p = 9,8$ kp/cm². Für den 70°-Schlauch ergibt eine analoge Rechnung $p = 10,7$ kp/cm². Ein Vergleich mit dem aus den 110°-Wand-Messungen berechneten Wert p zeigt, daß der hypothetische Schalldruck also in der Lage wäre, eine 180°-Wand von einem Schlauch abzubrechen.

Im Prinzip lassen sich mit der oben skizzierten Vorstellung auch die großen Schallsprünge erklären, indem durch den „Schalldruck“ zunächst die 70°- und 110°-Wände verschoben werden und dadurch ein Barkhausen-Sprung ausgelöst wird.

Für die irreversiblen Bewegungen der 110°-Wände die — wie erwähnt — mit wachsender pauschaler

zitivkraft zunehmen, hat die vorliegende Unterung das *Fehlen von Barkhausen-Sprüngen* ergeben. Ein Barkhausen-Geräusch war nur in dem Bereich Magnetisierungskurve zu hören, in welchem 180° -de existieren. Bei stärkeren Feldern, bei denen Hysterese der 110° -Wände beobachtet wurde, war Geräusch über dem Verstärkerrauschen nachweisbar. Die Kleinheit der Rahmenprobe beeinträchtigte die Nachweisempfindlichkeit trotz optimaler Messung. Wenn nicht ein kontinuierlicher Mechanismus wie bei der Richterschen Nachwirkung wesentlich, so ist mindestens die Struktur der diskontinuierlichen Hindernisse fein gegenüber der Wanddicke. Auch für die kleinen Barkhausen-Sprünge (2 bis 5μ) konnten die diskontinuierlichen Hindernisse nicht aufgefunden werden. Es ist aber bemerkenswert, daß die Sprungweite größenordnungsmäßig mit der von KERN [10] vermuteten Beziehungen zur Versetzungszahl in Übereinstimmung steht. DIETRICH und KELLER [11] haben an unverformten Nickelkristallen einer Koerzitivkraft $H_c = 0,5$ bis 1 Oe, die mit unserer Proben übereinstimmt, Versetzungslinien mit einer Dichte von $5 \cdot 10^7 \text{ cm}^{-2}$ gefunden. Sie entsprechen einem Hindernisabstand von $1,4\mu$.

Zum Schluß soll noch angedeutet werden, inwiefern die Druckwirkung des Magnetfeldes $\frac{HJ_s}{2 \cdot \lambda_{111}}$ unterstützende „Schalldruck“ p aus der Theorie der ferromagnetischen Kristalle abgeleitet werden könnte. Es handelt sich um dünne, plättchenförmige Proben, die senkrecht zur Oberfläche beschallt werden. Die Schallwellenlänge ist groß gegen die Probe und die magnetischen Bezirke. Die freien Oberflächen müssen wirken, daß ohne Schall Normal- und Schubspannungen in diesen — und angenähert auch in allen parallelen — Ebenen verschwinden. Nach BECKER und DÖRING [12] ist die Spannungsenergie unter diesen Umständen und der besonderen Größe der Probe im Kristall

$$F_o = -\frac{3}{2} \lambda_{100} \cdot (2\pi_{11} \alpha_1^2 + \pi_{33} \alpha_3^2) - 3 \lambda_{111} [(P - \pi_{11}) \alpha_1^2 + 2\pi_{13} \alpha_1 \alpha_3].$$

π_{33} und π_{13} sind die von Ort zu Ort verschiedenen Spannungskomponenten im Hauptachsensystem des Kristalls, P die Schalldruckamplitude in Richtung 3. Bei kleinen Spannungen ist $\alpha_1 = -\alpha_2 = \cos 35^\circ \cdot \cos 45^\circ$ und $\alpha_3 = \pm \cos 35^\circ$. Das Vorzeichen richtet sich nach dem örtlichen Vorzeichen von π_{13} , und zwar so, daß die gesamte Spannungsenergie ein Minimum wird. Bei ist von Wand- und Entmagnetisierungsfeldern (abgesehen). Jeder Vorzeichenwechsel bedeutet eine 110° -Wand der Wandanordnung von Abb. 3.

Bei größeren Spannungen hat man mit Drehprozessen aus der Vorzugslage zu rechnen, wobei aber die Normalkomponenten durch die Wand zunächst stetig variieren. Die Minimalbedingung der freien Energie liefert jetzt die neuen Gleichgewichtslagen abhängig

von den Spannungen, also insbesondere auch von der Schalldruckamplitude. Das bedeutet Schwingungen der Wände, sofern sie nicht durch Wirbelströme abgedämpft werden. Daneben treten über die nun schwingenden Richtungscosinus quadratische Glieder in P auf. Bei weiterer Erhöhung der Spannungen entstehen entmagnetisierende Felder. Es kommt zu F_o , noch die Entmagnetisierungsenergie mit weiteren quadratischen Gliedern hinzu. Eine numerische Abschätzung läßt es trotzdem schwierig erscheinen, den hypothetischen Schalldruck in der für die Deutung der Beobachtungen nötigen Höhe auf diese quadratischen Glieder zurückzuführen, d.h. aus den Eigenschaften eines idealen Kristalls thermodynamisch abzuleiten.

Zusammenfassung

Die Bewegung der Bitterschen Streifen auf (110) -Flächen von Nickel-Einkristallen beim Verändern eines Magnetfeldes in der Ebene oder eines Schallfeldes senkrecht dazu werden beschrieben.

180° -Wände zeigen Barkhausen-Sprünge in drei verschiedenen Größenordnungen.

Den kleinsten Sprüngen entsprechen keine nachweisbaren Hindernisse. Ihre Zahl entspricht etwa der geschätzten Dichte der Versetzungslinien.

Die mittleren Sprünge bestimmen den Hauptanteil der makroskopischen Hysterese. Die zugehörigen Hindernisse sind ausnahmslos nachzuweisen. Es sind Fremdkörper mit Néelschen Spießen und sehr eng begrenzte Spannungszentren.

Die großen Sprünge entsprechen der Umbildung oder dem Zusammenbruch von größeren Wandkonfigurationen.

Sämtliche Sprünge können durch Ultraschall ausgelöst werden. Bei den mittleren besteht die Auslösung in einer *Schrumpfung der Spieße* (Schläuche) durch einen *schalldruckkühlenden Effekt*.

Die 110° -Wände zeigen keine Barkhausen-Sprünge, wohl aber eine Hysterese. Im Schallfeld erleiden sie eine reversible und eine irreversible Verschiebung. Erstere klingt mit einer Zeitkonstanten (~ 10 sec) ähnlich der Richterschen Nachwirkung ab. Ihre magnetische Hysterese wird durch das Schallfeld nicht beeinflusst.

- Literatur:** [1] ELMORE, W. C.: Phys. Rev. **54**, 309 (1938). — [2] ROGOWSKI, W., u. W. STEINHAUS: Arch. Elektrotechn. **1**, 141 (1912). — [3] WOLMAN, W.: Arch. Elektrotechn. **19**, 385 (1928). — [4] WILLIAMS, H. J., and R. M. BOZORTH: J. Appl. Phys. **8**, 575 (1937). — [5] WILLIAMS, H. J., R. M. BOZORTH and W. SHOCKLEY: Phys. Rev. **75**, 155 (1949). — [6] NILON, T. G., and W. S. PAXTON: Phys. Rev. **97**, 834 (1955). — [7] BRENNER, R.: Z. angew. Phys. **7**, 391 (1955). — [8] RICHTER, G.: Ann. Phys. **29**, 605 (1937), Abb. 4 u. 5. — [9] RICHTER, G.: Ann. Phys. **32**, 683 (1938). — [10] KERSTEN, M.: Z. angew. Phys. **8**, 496 (1956). — [11] DIETRICH, H., u. E. KNEHLER: Z. Metallkde. **47**, 716 (1956). — [12] BECKER, R., u. W. DÖRING: Ferromagnetismus, S. 146. Berlin: Springer 1939.

Dr. GOTTFRIED HAACKE
und Professor Dr. JOHANNES JAUMANN,
II. Physikalisches Institut der Universität Köln

Über den Einfluß der Langmuir-Schicht zwischen Plasma und Gefäßwand auf die Wellenausbreitung in einem Plasmakabel

VON WINFRIED OTTO SCHUMANN

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 7. April 1960)

Mißt man die Phasengeschwindigkeit einer elektrischen Welle in einem Plasmakabel, s. Abb. 1, als Funktion der Frequenz, so ergibt sich regelmäßig bei Drucken von 10^{-4} bis 10^{-3} mm Hg statt des aus der

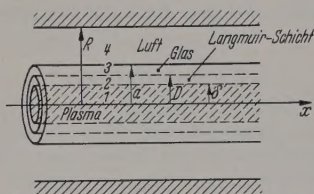


Abb. 1. Skizze eines Plasmakabels mit Luft- und Glashülle und Langmuir-Schicht

einfachen Theorie [1], [2], folgenden monotonen Abfalls der Geschwindigkeit mit der Frequenz, Kurve 1, Abb. 2, ein anderer Verlauf, nach Kurve 2,

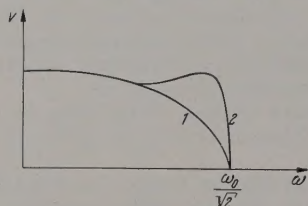


Abb. 2. Verlauf der Phasengeschwindigkeit abhängig von der Frequenz. 1 Verlauf nach Theorie; 2 beobachteter Verlauf

in dem nahe der Grenzfrequenz $\omega_0/\sqrt{2}$ die Geschwindigkeit v nochmals ansteigt und dann erst auf Null abfällt. Die hier auftretende „anomale Dispersion“

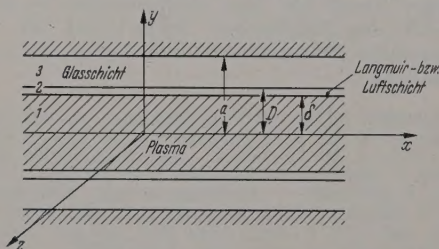


Abb. 3. Skizze eines Plasmakabels nur mit Glashülle und Langmuir-Schicht

führt aber nicht etwa zur Existenz einer Backward-wave.

Zuerst wurde versucht, diese Erscheinung allein durch die Inhomogenität der Plasmadichte über den Querschnitt zu erklären. Da dies aber innere Widersprüche ergibt, scheint es plausibler zu sein, den Einfluß der Glaswand mit ihrer großen DK um das Plasma zu vermuten, und den gleichzeitigen Einfluß der Langmuir-Schicht zwischen Plasma und Glaswand deren relative DK nahe an 1 liegen dürfte. Die negative DK des Plasmas ergibt bei kleinen Frequenzen ein weit in den umgebenden Raum sich ausdehnendes

Feld, das sich mit steigender Frequenz immer mehr um die Grenze Plasma-Langmuir-Schicht konzentriert. Deshalb macht sich bei kleineren Frequenzen die geringe Ausbreitungsgeschwindigkeit im Glas bemerkbar, während bei höheren Frequenzen die größere Ausbreitungsgeschwindigkeit in der Langmuir-Schicht wirksam wird, wodurch ein Verlauf nach Kurve 2 in Abb. 1 möglich erscheint.

Als Beispiel sei der einfachste Fall ebener Schichten nach Abb. 3 durchgerechnet, bei der sich unmittelbar um die Glaswand eine gutleitende Metallschicht legt. Das Plasma selbst sei als homogen angenommen, wenngleich natürlich dessen Querschnittsverteilung der Elektronendichte auch eine wichtige Rolle spielt und insbesondere die Plasmadichte am Rand bei Beginn der Langmuir-Schicht, und die Beschaffenheit der Ionen dort, für alles sehr bestimmend ist, siehe z. B. [4], [5]. Für den zylindrischen Fall ergeben sich ganz analoge Formeln.

Es sei eine E Welle in x Richtung mit $\partial/\partial z = 0$ und $e^{j(\omega t - \gamma x)}$ angenommen, wobei

1. in der Glasschicht 3:

$$H_{z3} = A_3 \cos m_3(a - y),$$

$$E_{x3} = j \frac{m_3}{\omega \epsilon_0 \epsilon_3} A_3 \sin m_3(a - y),$$

$$m_3^2 = \gamma^2 - \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_3, \quad \epsilon_3 \text{ rel. DK};$$

2. in der Luft bzw. in der Langmuir-Schicht 2:

$$H_{z2} = A_2 e^{-m_2 y} + B_2 e^{m_2 y},$$

$$E_{x2} = j \frac{m_2}{\omega \epsilon_0} [A_2 e^{-m_2 y} - B_2 e^{m_2 y}],$$

$$m_2^2 = \gamma^2 - \frac{\omega^2}{c^2};$$

3. in der Plasmaschicht 1

$$H_{z1} = A_1 \sin m_1 \delta,$$

$$E_{x1} = -j \frac{m_1}{\omega \epsilon_0 \epsilon_1} A_1 \cos m_1 \delta,$$

$$m_1^2 = \gamma^2 - \frac{\omega^2}{c^2} \epsilon_1, \quad \epsilon_1 = 1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2}.$$

Dann ergeben die Grenzbedingungen bei $y = \delta$ und $y = D$ die Gleichung

$$\mathfrak{Lg} m_1 \delta = - \frac{m_1}{\epsilon_1 m_2} \left[\frac{m_2 + \frac{m_3}{\epsilon_3} \mathfrak{Lg} m_3(a - D)}{m_2 \mathfrak{Lg} m_2(D - \delta)} + \frac{m_3}{\epsilon_3} \mathfrak{Lg} m_3(a - D) \right]$$

aus der γ und $v = \omega/\gamma$ bestimmt werden kann. Für $\epsilon_3 = 1$, $m_2 = m_3$ geht die Gleichung in

$$\mathfrak{Lg} m_1 \delta = - \frac{m_1}{\epsilon_1 m_2} \frac{1}{\mathfrak{Lg} m_2(a - \delta)}$$

über, entsprechend einer homogenen Luftschicht von $y = \delta$ bis $y = a$.

Für sehr großes ε_3 dagegen, wird m_3/ε_3 sehr klein, es entsteht

$$\mathfrak{I}g m_1 \delta = - \frac{m_1}{\varepsilon_1 m_2} \frac{1}{\mathfrak{I}g m_2 (D - \delta)}$$

prechend der bekannten Tatsache, daß eine Schicht großer DK, wie eine Metallschicht feldbegrenzend reflektierend wirkt.

Lösung für sehr kleine Frequenzen, $\omega \ll \omega_0/\sqrt{2}$
Es werden m_2 und m_3 so klein, daß $\mathfrak{I}g m_3 (a - D) \approx a - D$ und $\mathfrak{I}g m_2 (D - \delta) \approx m_2 (D - \delta)$ gesetzt werden kann. Für $m_1 \delta$ gilt dasselbe, wenn $\frac{\omega_0}{c} \delta \ll 1$ tut werden darf, s. [1], was für nicht zu dicke mazylinder zutrifft.

Dann ergibt sich in erster Näherung

$$v_1^2 = \frac{\omega^2}{\gamma^2} \approx c^2 \frac{(D - \delta) + \frac{1}{\varepsilon_3} (a - D)}{\frac{c^2}{\delta \omega_0^2} + (a - \delta)} \quad (1)$$

für

$$\frac{\omega_0}{c} \gg (a - \delta), \quad v_1^2 \approx \omega_0^2 \delta \left[D - \delta + \frac{1}{\varepsilon_3} (a - D) \right].$$

se Formel, die analog dem Wert von v bei BAUER [2] aufgebaut ist, zeigt die Reduktion der Geschwindigkeit durch die hohe DK ε_3 des Glases und durch die Benutzung durch die Metallhülle. Für $\varepsilon_3 = 1$ wäre

$$v_1^2 = c^2 \frac{a - \delta}{\frac{c^2}{\delta \omega_0^2} + (a - \delta)}.$$

II. Lösung für ω nahe der Grenzfrequenz $\omega_0/\sqrt{2}$

Hier werden die m sehr groß, so daß alle $\mathfrak{I}g$ gleich 1 gesetzt werden können. Dann ergibt sich

$$v_{II}^2 = \frac{\omega^2}{\gamma^2} = c^2 \frac{2 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2}}{1 - \frac{\omega_0^2}{\omega^2}} \quad (2)$$

in [1], als ob das Plasma nur von Luft umgeben wäre.

Da Fall I nur für sehr kleine Frequenzen gilt, und II nur für Frequenzen nahe $\omega_0/\sqrt{2}$, muß dazwischen ein Übergangsgebiet liegen, wie es Abb. 4 andeutet, in dem die Geschwindigkeit v nach dem ersten Abnehmen wieder zunimmt, um dann bei $\omega \approx \omega_0/\sqrt{2}$ auf Null zu gehen. Eine genauere Durchrechnung wird später publiziert.

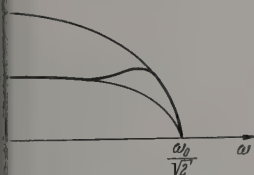


Abb. 4. Zur Abhängigkeit der Phasengeschwindigkeit von der Frequenz

Aus Messungen dieser Art kann man auf die Resonanzfrequenz oder auf die Dicke der Langmuir-Schicht rückschließen. Zum Beispiel folgt aus Formel (1)

$$D - \delta = \frac{\frac{v^2}{\delta \omega_0^2} + (a - D) \left(\frac{v^2}{c^2} - \frac{1}{\varepsilon_3} \right)}{1 - \frac{v^2}{c^2}}$$

und für $v/c \ll 1$

$$D - \delta = \frac{v^2}{\delta \omega_0^2} - (a - D) \frac{1}{\varepsilon_3}.$$

Mit z. B. $v = c/100 = 3 \cdot 10^8$ cm und $\omega_0 \approx 10^9$ sec⁻¹, $\delta = 1$ cm (Plasmazylinder von 2 cm \varnothing), Glasdicke $a - D = 0,1$ cm und rel. DK- ε_3 des Glases $\varepsilon_3 = 5$, ergibt sich die Dicke der Langmuir-Schicht zu $D - \delta \approx 0,07$ cm $\approx 0,7$ mm.

Allerdings muß zu diesem Zweck ω_0 am Außenrand des Plasmas ziemlich genau bekannt sein. Ist dies — wie sehr oft — nicht der Fall, so kann die Formel angenähert zur Berechnung von ω_0^2 benutzt werden, da

$$\frac{v^2}{\omega_0^2} = \delta \left[(D - \delta) + (a - D) \frac{1}{\varepsilon_3} \right]$$

ist, und man mit dem bekannten v den Wert von ω_0 am Außenrand des Plasmas bestimmen kann. $(D - \delta)$ liegt bei kleinen Strömen meist in der Größenordnung von mm.

III. Plasmakabel mit äußerer Luftschicht

Auch für den Fall, daß noch eine Luftschicht (Index 4 in Abb. 1) von der Dicke $(R - a)$ das Glasrohr umgibt, die durch gutleitendes Metall begrenzt ist, ergeben sich ähnliche Resultate. Die Stetigkeitsbedingungen ergeben in diesem Fall

$$\mathfrak{I}g m_1 \delta = \frac{m_1}{m_2 \varepsilon_1} \frac{1 + s}{1 - s},$$

wobei

$$\frac{1 + s}{1 - s} = \frac{m_2 (1 - r) - \frac{m_3}{\varepsilon_3} (1 + r) \mathfrak{I}g m_2 (D - \delta)}{-m_2 (1 - r) \mathfrak{I}g m_2 (D - \delta) + \frac{m_3}{\varepsilon_3} (1 + r)}$$

und

$$\frac{1 + r}{1 - r} = \frac{m_4 \mathfrak{I}g m_4 (R - a) + \frac{m_3}{\varepsilon_3} \mathfrak{I}g m_3 (a - D)}{-m_4 \mathfrak{I}g m_4 (R - a) \mathfrak{I}g m_3 (a - D) - \frac{m_3}{\varepsilon_3}},$$

$$m_2^2 = m_4^2 = \gamma^2 - \frac{\omega^2}{c^2}.$$

In diesem Fall ergibt sich für sehr geringe Frequenzen

$$v^2 = c^2 \frac{R - a + D - \delta + \frac{a - D}{\varepsilon_3}}{\frac{c^2}{\delta \omega_0^2} + R - \delta} \quad (3)$$

Der Ausdruck ist ganz analog zu Gl. (1), nur daß hier der Einfluß der Glasschicht $(a - D)$ bei sehr geringen Frequenzen geringer ist wegen der dicken Luftschicht von im Ganzen $(R - a) + (D - \delta)$. Dieser Einfluß des Glases wächst jedoch mit steigender Frequenz wegen der wachsenden Konzentration des Feldes um die Plasmagrenze und in der Nähe von $\omega_0/\sqrt{2}$ ergibt sich wieder ein analoger Verlauf wie bei I und II. Hieraus folgt für $v/c \ll 1$

$$D - \delta = \frac{v^2}{\delta \omega_0^2} - (R - a) - (a - D) \frac{1}{\varepsilon_3}$$

woraus man auch wieder ω_0^2 berechnen kann.

Dagegen ergibt sich für $\omega \approx \omega_0/\sqrt{2}$ nahe der Grenzfrequenz

$$\mathfrak{I}g m_1 \delta = - \frac{m_1}{m_2 \varepsilon_1}$$

was wiederum für v zur Gl. (2) führt.

Da nach den Messungen von R. SEITNER [3] im Druckbereich von 10^{-4} bis 10^{-3} mm Hg bei Plasma-

zylindern von 20 bis 30 mm \varnothing , $R/a = 2,5$, die anomale Dispersion (Kurve 2, Abb. 2) bei kleinen Strömen (20 bis 40 mA) nicht auftrat, sondern erst bei Strömen von 40 bis 100 mA auftrat und dann mit wachsendem Strom immer stärker wurde, muß man annehmen, daß die Dicke der Langmuir-Schicht bei ihm mit wachsendem Strom zunahm.

Zusammenfassung

Zur Erklärung des genaueren Verlaufs der Phasengeschwindigkeit einer elektrischen Welle mit der Frequenz bei einem Plasmakabel, wird der Einfluß der DK

des Glasrohres, in dem die Entladung brennt, und der Einfluß der Langmuir-Schicht zwischen Plasma und Glasrohr bei der Berechnung der Wellenausbreitung berücksichtigt.

Literatur: [1] SCHUMANN, W.O.: Sitzungsber. Bayer. Akademie der Wissensch. 1948, S. 255. — [2] BAUER, K. Dissertation TH München 1951. — [3] SEITNER, R.: Dissertation TH München 1954. — [4] FETZ, H.: Ann. d. Physik 40, 579 (1941). — [5] SCHUMANN, W.O.: Z. Naturforsch. a 612 (1950). — Z. angew. Phys. 12, 145 (1960).

Professor Dr. WINFRIED OTTO SCHUMANN,
Elektrophysikalisches Institut der TH München

Messung der dielektrischen Nicht-Linearität von Seignettesalz

Von HORST E. MÜSER

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 2. Februar 1960)

1. Fragestellung

Das dielektrische Verhalten des Seignettesalzes läßt sich nach MÜLLER [1] darstellen durch die Gleichung

$$E = AD + BD^3, \quad (1)$$

wo E und D die Feld- und Verschiebungskomponenten in Richtung der ferroelektrischen Achse und A und B Konstanten sind. Die dielektrische Verschiebung ist bei Seignettesalz praktisch gleich der Polarisation. Die Gl. (1) ist die einfachste Möglichkeit, dielektrische Sättigungs- und Hystereseerscheinungen zu formulieren, da diese mit einer linearen Gleichung prinzipiell nicht erfaßt werden können und ein quadratisches Glied aus Symmetriegründen nicht auftreten kann; sie ist gleichbedeutend mit einer Reihenentwicklung der freien Energie nach Potenzen von D bis zum zweiten vorkommenden Glied. Damit ist jedoch noch nicht gesagt, wie weit die Gl. (1) quantitativ die tatsächlichen Verhältnisse wiedergibt. So ist z.B. bei Bariumtitanat nach DEVONSHIRE [2] die entsprechende Darstellung ohne ein Glied mit D^5 unmöglich, weil dort der Koeffizient B negativ ist; aus physikalischen Gründen müssen aber E und D bei großen Amplituden stets dasselbe Vorzeichen haben.

Es ist seit langem bekannt [3], daß die Müllersche Gl. (1) viel zu große Werte für die Koerzitivfeldstärke liefert. Dies wurde im allgemeinen der Tatsache zugeschrieben, daß die Müllersche Theorie sich auf den idealisierten Eindomänenkristall bezieht, während die Messung der Koerzitivfeldstärke stets an Multidomänenkristallen erfolgt. Bei der Untersuchung eingeschnürter Hysteresekurven trat die Frage auf [4], durch welchen Mechanismus beim Multidomänenkristall die Koerzitivfeldstärke niedriger wird als beim Eindomänenkristall. Vor weiteren Untersuchungen hierüber sollte man aber prüfen, ob die Gl. (1) quantitativ gültig ist. Zum Beispiel würde eine Fortsetzung der Gl. (1) mit höheren Potenzen von D die Diskrepanz zwischen der theoretischen und der experimentellen Koerzitivfeldstärke verringern. Ferner kann man die Frage stellen, ob eine Reihenentwicklung

der Feldstärke nach Potenzen der dielektrischen Verschiebung überhaupt die den Verhältnissen am besten angepaßte Darstellungsweise ist. In Gl. (1) gibt es z.B. keine echte Sättigung, sondern die dielektrische Verschiebung steigt als Funktion der Feldstärke unendlich flacher werdender Tangente immer weiter an. Gäbe es eine echte Sättigung, dann könnte es sinnvoll sein, die dielektrische Verschiebung als Funktion der Feldstärke darzustellen, etwa als Summe aus einer Langevin-Funktion und einem linearen Glied. Ein derartiges Verhalten würde auf eine Ausrichtung von Dipolen in einem dielektrischen Untergrund hindeuten. Aus diesen Gründen ist die allgemeine Gesetzmäßigkeit des Zusammenhanges zwischen Feld und Verschiebung von großem Interesse.

2. Meßprinzip

Die aufgeworfene Frage lautet anders formuliert: Läßt sich der Zusammenhang zwischen E und D quantitativ durch Gl. (1) beschreiben, oder erhält man eine wesentlich bessere Darstellung durch eine Hinzunahme weiterer Potenzen von D ? Zur Beantwortung sind Messungen erforderlich, die eine Unterscheidung zwischen Gl. (1) und z.B. der Gleichung

$$E = AD + BD^3 + B'D^5 + B''D^7 \quad (2)$$

ermöglichen.

Die einfachste Lösung dieses Problems scheint zunächst die Aufnahme eines (D, E) -Diagramms z.B. am Curie-Punkt zu sein. Dort verschwindet A , und man hätte nur festzustellen, ob die erhaltene Kurve eine kubische Parabel ist oder nicht. Diese Unterscheidung ist aber bei vertretbarem Aufwand für die Meßgenauigkeit nicht möglich. Ermittelt man nämlich die Koeffizienten der Gln. (1) und (2) durch eine Ausgleichsrechnung aus jeweils denselben Meßpunkten der (D, E) -Beziehung, so fallen beide Kurven stets innerhalb der Meßgenauigkeit zusammen, obwohl bei Zugrundelegung der Gl. (2) $B'D^5$ und $B''D^7$ das kubische Glied bei größeren, aber noch vorkommenden D -Werten erreichen oder sogar übertreffen.

Durch eine Differentiation werden jedoch die höheren Potenzen stärker betont, so daß sie bei geringer Meßgenauigkeit schon bemerkbar werden können. Die Ableitung von Gl. (2) lautet

$$\frac{dE}{dD} = A + 3BD^2 + 5B'D^4 + 7B''D^6. \quad (3)$$

Die Meßaufgabe besteht also in einer Ermittlung von $\frac{dE}{dD}$ als Funktion von D . Da es schwierig ist, dies unmittelbar zu oszillographieren, wurden nacheinander D , \dot{D} , E (das in Gl. (3) nicht vorkommt, aber aus experimentellen Gründen doch benötigt wurde, vgl. Abschnitt 4) und \dot{E} nacheinander als Funktion der Zeit bestimmt. Die Division von \dot{E} durch D liefert dann die gesuchte Größe $\frac{dE}{dD}$. Bei allen vier Einzelmessungen wurde das Kippgerät eines Kathodenstrahl- oszillographen von der aussteuernden periodischen Spannung unabhängig vom jeweiligen Meßeffect getriggert. Da auch die horizontale Ablenkgeschwindigkeit des Kathodenstrahles unabhängig vom Meßeffect ist, kann man bei einer festen x -Koordinate des Bildfelds zusammengehörige Werte von D , \dot{D} , E und \dot{E} ablesen.

Bei dieser Methode ist eine sinusförmige Aussteuerung unzweckmäßig, weil dabei in der Phase der dielektrischen Verschiebung, in der sich die höheren Potenzen von D am stärksten bemerkbar machen, \dot{D} und \dot{E} verschwinden. Am angemessensten war eine Dreiecksspannung. Statt dessen wurde mit der bequemer verfügbaren Sägezahnspannung gearbeitet. Zur Demonstration des Meßverfahrens sind in Abb. 1 die vier Zeitfunktionen D , \dot{D} , E und \dot{E} nacheinander auf dasselbe Bild aufgenommen worden.

3. Apparatur

Die benutzte Schaltung ist in Abb. 2 dargestellt. Der Sägezahn-generator diente der Kippkreis eines Kathodenstrahl- oszillographen (Siemens-Oscillarset), der mit einem RC-Generator (Philips GM 2317) synchronisiert wurde. Die Sägezahnspannung wurde in einem Verstärker, der im wesentlichen aus einer transformatorlosen Gegentaktendstufe ($2 \times EL 34$) bestand, auf etwa 200 V_{eff} (600 V_{as}) verstärkt. Gleichzeitig diente der Verstärker zur Triggerung des Meßoszillographen (Tektronix 5A). Die Schaltungen zur Messung von D , \dot{D} , E und \dot{E} sind der Reihe nach in Abb. 2a—d dargestellt. D wurde als Spannung an einem zum Kristall in Serie geschalteten Kondensator hoher Kapazität gemessen, E als Spannung an einem niederohmigen Serienwiderstand. Die mittlere Meßspannung am Oszillographen lag dabei stets etwa drei Zehnerpotenzen kleiner als die Ausgangsspannung des Verstärkers. \dot{E} wurde durch Teilung, \dot{D} durch elektrische Differentiation der speisenden Spannung ermittelt. Die E - und \dot{E} - Meßschaltungen stellten für die Quelle praktisch keine Belastung dar; sie blieben auch während der D - und \dot{D} - Messungen mit der Spannungsquelle verbunden. Bei den E - und \dot{E} -Messungen war der Kristall ohne Vorwiderstand an den Verstärker angeschlossen. Die Umschaltung für die verschiedenen Meßaufgaben erfolgte mit einem Schalter, an dem insgesamt 11 „Meß- beiche“ zur Verfügung standen. Die Umrechnung von den auf dem Bildschirm abgelesenen Spannungswerten

auf D , \dot{D} , E und \dot{E} macht bei bekannten Kristallabmessungen keine Schwierigkeiten und braucht hier nicht im einzelnen angegeben zu werden. Die Meßgenauigkeit betrug für jede Einzelmessung insgesamt etwa 5%.

Die Kristalle waren durchweg orthogonal zur ferroelektrischen Achse als Platten von etwa 1 mm Dicke aus Einkristallen herausgeschnitten worden, die aus

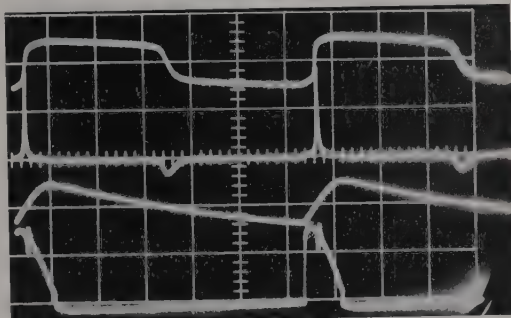


Abb. 1. Aufnahme zur Demonstration der Meßmethode. Es sind von oben nach unten D , \dot{D} , E und \dot{E} oszillographiert. Zeitmaßstab: 1 ms/cm. (Ein Rasterfeld = 1 cm²)

der Lösung gezüchtet waren¹. Die Flächen der Kristalle waren zwischen einem und einigen cm² groß. Die Elektroden bestanden aus aufgedampftem Silber, das mit Blattgold überzogen war, und gingen bis an

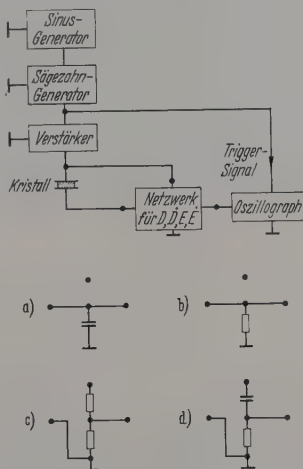


Abb. 2a—d. Blockschaltbild zur Messung der dielektrischen Nicht-Linearität des freien Kristalls. Die Schaltungen a), b), c), d) führen, an die Stelle „Netzwerk“ in das Blockschaltbild eingesetzt, der Reihe nach zur Messung von D , \dot{D} , E und \dot{E}

den Rand der Kristallplatten. Die Stromzuführung erfolgte über Messingschneiden, die gleichzeitig die Kristalle trugen. Die Platten waren dabei praktisch mechanisch „frei“. Sie befanden sich während der Messungen in einem wasserdichten Metallgefäß, das gleichzeitig 8 Platten aufnahm, die über einen Schalter nacheinander an die Meßanordnung angeschlossen werden konnten. Das Gefäß stand in einem Kälte-Ultra-Thermostaten, der zwischen -30° und $+30^\circ$ C

¹ Die Züchtung der Kristalle wurde freundlicherweise von Herrn Dipl.-Phys. H. FLUNKERT am hiesigen Institut durchgeführt, dem ich hierfür herzlich danken möchte.

auf besser als $0,1^\circ$ genau regelte. Mit gleicher Genauigkeit war die Temperatur an einem Quecksilberthermometer auch abzulesen. Die Luftfeuchtigkeit wurde durch eine Schwefelsäurelösung der relativen Dichte 1,3 im Innern des Gefäßes konstant auf etwa 60% gehalten.

4. Auswertungsmethode

Eine quantitative Auswertung der in Abb. 1 wiedergegebenen Kurven ist natürlich unmöglich, weil die Strahlauslenkung viel zu klein ist. Durch

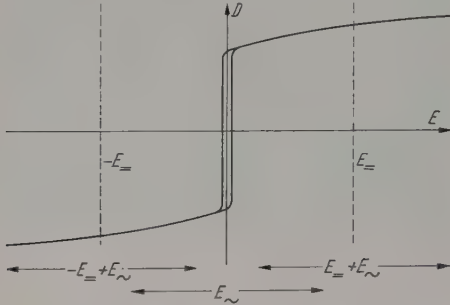


Abb. 3. Schematische Darstellung des Aussteuerungsbereiches bei Messungen im ferroelektrischen Gebiet. Das Umlappen der spontanen Polarisation wurde durch Überlagerung eines Gleichfeldes E_- verhindert. Der Bereich, der mit der Sägezahnspannung überstrichen wurde, ist im Bild mit E_- bezeichnet

geeignete Einstellung der Oszillographenempfindlichkeit und der Ablengeschwindigkeit wurde dafür gesorgt, daß der interessierende Vorgang stets etwa über den ganzen Bildschirm auseinandergezogen wurde.

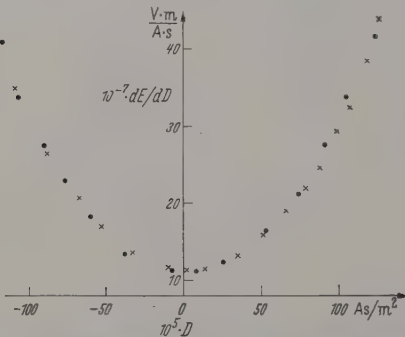


Abb. 4. dE/dD als Funktion von D bei $-18,6^\circ\text{C}$, dicht unterhalb des unteren Curie-Punktes. Punkte: Meßwerte bei langsamem Durchlauf von rechts nach links (in etwa 10 ms). Kreuze: Meßwerte bei raschem Durchlauf von links nach rechts (in etwa 1 ms)

Ausgewertet wurden sowohl die Vorgänge während des raschen Anstieges wie auch während des langsamen Abfalles der Sägezahnspannung (vgl. Abb. 1). Das führt jedoch auf folgende Schwierigkeit. Will man \dot{D} während des langsamen Abfalles der Sägezahnspannung ermitteln, so ist im Vergleich zu der zweiten Kurve von oben in Abb. 1 die Empfindlichkeit der Anordnung ganz erheblich zu steigern. Gleichzeitig wird damit aber auch die in derselben Kurve zu Anfang (während des schnellen Sägezahnanstieges) zu sehende Spannungsspitze im gleichen Maße mitverstärkt. Das führt im ferroelektrischen Temperaturgebiet wegen des starken Umpolarisierungsstromes zu einer unzulässigen Übersteuerung des Oszillographen.

Außerdem treten infolge des Umlappens der spontanen Deformation bei der Umpolarisierung mechanische Schwingungen auf, die sich wegen des starken Piezoeffektes erheblich bemerkbar machen.

Deshalb wurde im ferroelektrischen Temperaturgebiet zunächst nur der Zusammenhang zwischen D und E ermittelt, was im Prinzip auch in einer Sawyer-Tower-Schaltung [5] hätte erfolgen können. Daraufhin wurde dem Sägezahn ein starkes Vorfeld überlagert und dann in der beschriebenen Weise \dot{D} , \dot{E} und \ddot{E} gemessen. Dabei erhält man D als Differenz gegenüber der durch das Gleichfeld bedingten dielektrischen Verschiebung und muß den Absolutwert durch Anschluß an die ohne Vorfeld ermittelte (D, E) -Beziehung gewinnen. Die \dot{D} - und \dot{E} -Messungen werden durch das Gleichfeld nicht beeinträchtigt. Das Verfahren ist in Abb. 3 veranschaulicht. Die Spitzenfeldstärke beträgt auf diese Weise zwischen 500 und 1000 kV/m. Einige Kristalle schlugen bei diesen Experimenten durch. Die Gleichfelder wurden jeweils nur kurzfristig angelegt, da ein längerer Gleichfeldeinfluß die Gleichstromleitfähigkeit irreversibel erhöht.

Das Umlappen der spontanen Polarisation läßt sich für den vorliegenden Zweck nicht auswerten, weil die Form der Flanken der Hysteresekurven von der Vorgeschichte [4] und den elektrischen Bedingungen abhängt. Die Koerzitivfeldstärke steigt z. B. mit wachsender Frequenz. Dies macht sich bei Aufnahme einer Hysteresekurve mit einer Sägezahnspannung dadurch bemerkbar, daß die Koerzitivfeldstärke bei der langsamen Feldänderung niedriger ist als bei der raschen Feldänderung. Die Sättigungsäste sind dagegen in einem weiten Frequenzbereich unabhängig von der Geschwindigkeit der Feldänderung, können also zur Bestimmung einer Zustandsfunktion ausgenutzt werden. Bei zu tiefen bzw. zu hohen Frequenzen stören schließlich Gleichstromleitfähigkeit bzw. mechanische Schwingungen. Die verwendete Sägezahnfrequenz betrug etwa 100 Hz. Dabei sind die Störeinflüsse sehr gering.

5. Ermittlung der Gesetzmäßigkeit zwischen D und E

In Abb. 4 sind die mit der beschriebenen Methode ermittelten dE/dD -Werte als Funktion von D aufgetragen für eine Temperatur dicht unterhalb des unteren Curie-Punktes. Im ferroelektrischen Temperaturgebiet sind in entsprechender Weise jeweils nur zwei Teilstücke dieser Kurve für große positive und negative Werte der dielektrischen Verschiebung zu erhalten, da dort ja nur auf den Sättigungsästen ausgewertet werden kann. Wenn die Koeffizienten der nicht-linearen Terme in Gl. (2) temperaturunabhängig sind, wie MÜLLER [1] dies für den Koeffizienten B vermutete, müssen die $(dE/dD, D)$ -Kurven für alle Temperaturen durch eine Parallelverschiebung auseinander hervorgehen. Die Parallelverschiebung läßt sich ausschalten, wenn Gl. (3) noch einmal differenziert wird. Man erhält dann

$$\frac{d^2 E}{dD^2} = 6BD + 20B'D^3 + 42B''D^5. \quad (4)$$

Die Beziehung (1) ist demnach quantitativ gültig, wenn $d^2 E/dD^2$ als Funktion von D linear ansteigt, und

üller-Term ist temperaturunabhängig, wenn der eg für alle Temperaturen derselbe ist.
m dies zu prüfen, wurden die ermittelten (dE/dD , eziehungen numerisch differenziert. Das Ergeb- t für zwei Temperaturen etwas unterhalb des en Curie-Punktes in Abb. 5 dargestellt. Inner- der Meßgenauigkeit liegen alle Punkte auf der- n Geraden. Das deutet bereits darauf hin, daß Konstanten der Nicht-Linearität am Curie-Punkt Anomalien zeigen.
n der Tabelle findet sich eine Zusammenstellung Messungen über den gesamten Temperaturbereich, m sich die Nicht-Linearität messen läßt. Dabei

Tabelle

	$\frac{d^2 E}{d D^2}$	D	$B = \frac{d^2 E / d D^2}{6 D}$
	$\frac{V \cdot m^3}{A^2 \cdot s^2}$	$\frac{C}{m^2}$	$\frac{V m^5}{C^3}$
19 °C	0,17 · 10 ¹²	0,50 · 10 ⁻³	57 · 10 ¹²
	0,50	1,16	71
9	0,22	0,64	57
	0,52	1,45	60
2	0,81	2,42	56
7	1,12	3,01	62
7	1,05	3,17	55
3	1,22	3,25	62
2	1,07	2,78	62
0	0,63	1,75	60
7	0,14	0,44	54
	0,65	1,39	65

der ersten Spalte die jeweilige Temperatur an-
ben. In der zweiten Spalte stehen die $d^2 E/dD^2$.
te, die sich durch Bildung der Differenzenquo-
ten mit größeren D -Sprüngen und Mittelung über
ellen und langsamen Hin- und Rücklauf, also ins-
amt über vier Kurvenstücke, ergeben. Zwischen
einzelnen Kurvenstücken konnte dabei kein
ematischer Unterschied festgestellt werden; ledig-
die Gleichstromleitfähigkeit machte sich bei höhe-
Temperaturen bemerkbar. Sie fällt aber durch die
elwertbildung weitgehend heraus. Die dritte
pte der Tabelle bringt die entsprechenden Mittel-
ere der dielektrischen Verschiebung. In der vier-
Spalte ist der durch 6 dividierte Quotient aus
 $d^2 E/dD^2$ und D angegeben. Wie ein Blick auf die Ta-
e zeigt, ist eine Abhängigkeit dieses Quotienten
er von der Temperatur noch von der dielektrischen
schiebung in nennenswertem Maße festzustellen.
An auch Temperatur und dielektrische Verschie-
ng jeweils nur in engen Grenzen unabhängig von-
nder geändert werden konnten, so ist doch nahezu
er, daß $d^2 E/dD^2$ linear von D allein abhängt, die
lersche Gl. (1) also quantitativ erfüllt ist. Bei
sichtiger Abschätzung der Meßgenauigkeit läßt
aus unseren Ergebnissen folgern, daß bei einer
henentwicklung von E nach Potenzen von D alle
eren Glieder zusammen bei den höchsten erreich-
en Werten von D nicht mehr ausmachen als 10%
kubischen Gliedes BD^3 . Darüber hinaus beträgt
Temperaturabhängigkeit der Müllerschen Kon-
ante B zwischen -20 und $+25^\circ C$ nicht mehr als
a 10%.
Damit soll natürlich nicht gesagt sein, daß wir die
(1) als exaktes Naturgesetz ansehen. Sie dürfte

jedoch für alle praktischen Belange völlig ausreichen.
Prinzipiell ist die Gl. (2) aber die bessere Näherung.
Aus den obigen Angaben läßt sich folgern, daß
 $B' \leq 7 \cdot 10^{17} Vm^9/C^5$ ist. Es sei jedoch darauf hinge-
wiesen, daß der entsprechende Koeffizient bei Barium-
titanat nach MERZ [6] nur etwa $1,6 \cdot 10^{10} Vm^9/C^5$ ist.

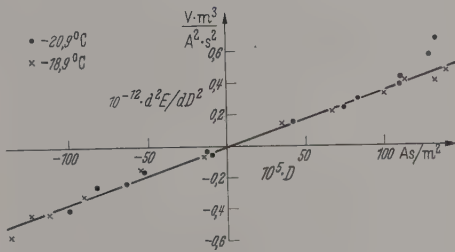


Abb. 5. Durch numerische Differentiation ermittelte Werte von $d^2 E/dD^2$ in Abhängigkeit von D für zwei verschiedene Temperaturen etwas unterhalb des unteren Curie-Punktes. Punkte: $-20,9^\circ C$; Kreuze: $-15,9^\circ C$

Ein gleich großer Zahlenwert bei Seignettesalz würde
bei unseren Messungen auch nicht andeutungsweise
registriert werden. B' ist bei Bariumtitanat nur deshalb
meßbar, weil B dort negativ ist.

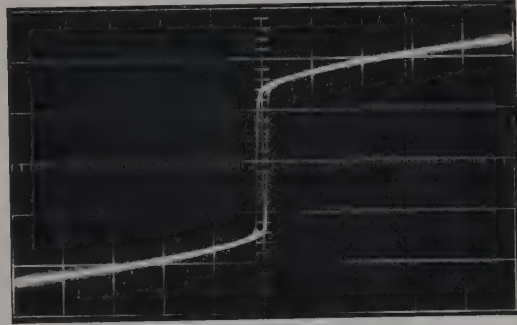


Abb. 6. Aufnahme einer Hysteresekurve mit der Sawyer-Tower-Schaltung [5]. Aussteuerung mit 50 Hz. Spitzenfeldstärke etwa 500 kV/m. Temperatur: $-15,1^\circ C$

6. Messung der Koeffizienten in Abhängigkeit von der Temperatur

Nachdem die Gültigkeit der Müllerschen Gl. (1)
für den freien Kristall gesichert ist, können Hysteresekurven zur Bestimmung der beiden Koeffizienten A und B benutzt werden. Kennt man auf den Sättigungsästen zwei Wertepaare (D_1, E_1) und (D_2, E_2) , so kann man diese in Gl. (1) einsetzen und nach A und B auflösen. Man erhält

$$A = \frac{1}{D_2^2 - D_1^2} \left(E_1 \frac{D_2^2}{D_1} - E_2 \frac{D_1^2}{D_2} \right), \tag{5}$$

$$B = \frac{1}{D_2^2 - D_1^2} \left(\frac{E_2}{D_2} - \frac{E_1}{D_1} \right). \tag{6}$$

Die Aufnahme der Hysteresekurven erfolgte in einer Sawyer-Tower-Schaltung [5] mit 50 Hz und 350 V_{eff} . Ein Beispiel einer Hysteresekurve ist in Abb. 6 wiedergegeben. Zur Auswertung wurden jeweils zwei Wertepaare in der Nähe der Maximalaussteuerung und dicht beim Zusammenlaufen der Hystereseflanken benutzt. Über die Wertepaare aus beiden Sättigungsästen wurde gemittelt.

Die auf diese Weise erhaltenen Werte für A sind in Abb. 7 dargestellt. Sie interessieren unter anderem

für einen Vergleich mit dielektrischen Messungen bei kleinen Amplituden (vgl. Abschnitt 7).

Die aus den Hysteresekurven erhaltenen B -Werte nach Gl. (6), die in Abb. 8 dargestellt sind, stimmen

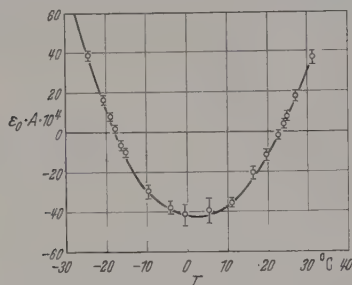


Abb. 7. Gemessene Werte von A , ermittelt aus den Sättigungsästen der Hysteresekurve [unter Verwendung von Gl. (5)]. Die eingetragenen Fehlergrenzen sind die mittleren quadratischen Abweichungen der Ergebnisse von acht verschiedenen Kristallen (oberhalb $+15^\circ$ nur noch von fünf Kristallen)

innerhalb der Meßgenauigkeit mit den Werten aus der Tabelle überein. Man kann aus Abb. 8 vielleicht ein schwaches Maximum im ferroelektrischen Gebiet

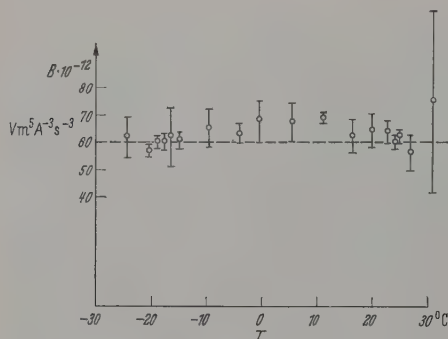


Abb. 8. Gemessene Werte von B , ermittelt aus den Sättigungsästen der Hysteresekurve [unter Verwendung von Gl. (6)]. Die eingetragenen Fehlergrenzen haben dieselbe Bedeutung wie in Abb. 7

oder auch einen schwachen Anstieg mit steigender Temperatur herauslesen, doch ist beides nicht sicher. Der Mittelwert für B aus der Tabelle, $60 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$,

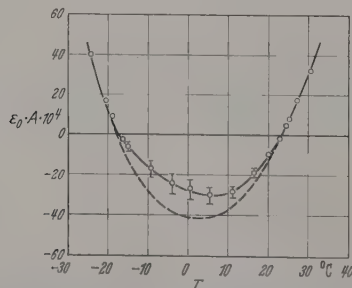


Abb. 9. Gemessene Werte von A , ermittelt aus dem Scheinwiderstand [unter Verwendung der Gln. (7) bis (9)]. Die eingetragenen Fehlergrenzen haben dieselbe Bedeutung wie in Abb. 7. Bei Meßpunkten ohne Fehlerangabe liegt der Fehler innerhalb der Zeichenstärke der Meßpunkte. Gestrichelt eingetragen ist die Kurve aus Abb. 7

ist in Abb. 8 ebenfalls eingetragen. Der Mittelwert aus den Hysteresemessungen beträgt $62,4 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$. Da die Meßgenauigkeit 10% nicht übertrifft, ist die Übereinstimmung befriedigend. Als „bester“ Wert für B sei $61 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$ angegeben.

7. Vergleich mit Messungen der Dielektrizitätskonstante

Nach der Müllerschen Theorie besteht ein enger Zusammenhang zwischen dem Koeffizienten A aus Gl. (1) und dem Kehrwert der Dielektrizitätskonstante β . Für die Größe β hat sich noch keine Bezeichnung eingebürgert. Man spricht im Deutschen meistens von der „reziproken Dielektrizitätskonstante“. Diese Bezeichnung ist zwar bei allen Kristallen höherer Symmetrie richtig. Wegen der Tensoreigenschaft der dielektrischen Stoffgrößen müßte man jedoch allgemeiner, aber außerordentlich umständlich von einer „Komponente des zum Tensor der Dielektrizitätskonstanten inversen Tensors“ sprechen. Auch im angelsächsischen Schrifttum häufig zu findende Bezeichnung „dielektrische Impermeabilität“ ist recht schwerfällig. Da die Größe β in der Ferroelektrizität ständig vorkommt und man allgemein die Ableitung einer Intensitätsgröße nach einer Quantitätsgröße als Modul zu bezeichnen pflegt, sei hier für β der relativ kurze Name „Dielektrizitätsmodul“ vorgeschlagen und verwendet.

Die Beziehung zwischen dem Koeffizienten A aus Gl. (1) und dem Dielektrizitätsmodul lautet nach der Theorie von MÜLLER [3] außerhalb des ferroelektrischen Gebietes ($A > 0$)

$$\beta = A$$

und im ferroelektrischen Temperaturgebiet ($A < 0$)

$$\beta = -2A.$$

Der Dielektrizitätsmodul läßt sich aus einer Messung des Scheinwiderstandes R einer Kristallplatte (Z. Schnitt) bei sehr kleinen Spannungsamplituden ermitteln, sofern die dielektrischen Verluste hinreichend klein sind, was bei Seignettesalz der Fall ist. Es gilt

$$\beta = \frac{\omega RF}{d},$$

wo ω die Kreisfrequenz, F die Kristallfläche und d die Kristalldicke sind.

An denselben Kristallen, an denen die Abb. 7 und 8 gewonnen wurden, wurden bei 5 kHz Scheinwiderstandsmessungen durchgeführt. Die erhaltenen Ergebnisse sind unter Verwendung der Gln. (7) bis (9) in Abb. 9 wiedergegeben. Ferner ist in Abb. 9 gestrichelt die Kurve aus Abb. 7 eingetragen, die außerhalb des ferroelektrischen Bereiches mit der Scheinwiderstandsmessung zusammenfällt. Im ferroelektrischen Bereich ist die gestrichelte Kurve besser symmetrisch als die ausgezogene. Die eingetragenen Fehlergrenzen sind in Abb. 7 und 9 etwa gleich groß. Es ist jedoch zu berücksichtigen, daß die Fehlergrenzen in Abb. 7 hauptsächlich auf die zu geringe Meßgenauigkeit zurückzuführen sind. Sie lassen sich also vermutlich schon durch eine Erhöhung der Zahl der Einzelmessungen, über die der Mittelwert gebildet wird, einengen. In Abb. 9 hingegen sind Messung ausgewertet, bei denen der Streufehler nur etwa 1% beträgt. Die eingetragenen Fehlergrenzen geben also in diesem Fall echte Abweichungen zwischen den verschiedenen Kristallpräparaten wieder. Sie sind zu Teil auf Unterschiede in der Vorgeschichte zurückzuführen. Es zeigte sich z. B., daß ein vorangegangenes Wechselfeld die Meßwerte für β beeinträchtigt.

ungen zu den Abb. 7—9 wurden im Verlauf von 2 Wochen bei einer einmaligen, stufenweisen Steigerung der Temperatur ausgeführt. Da das Wechselstromfeld mit dem die Hysteresekurven aufgenommen wurden, nicht immer gleich lang anlag, ergaben sich in den verschiedenen Kristallen verschiedene Ergebnisse. Anscheinend wirken aber die Wechselfelder in verschiedenen Kristallen auch verschieden schnell. Durch längeres Anlegen eines starken Wechselstromfeldes vor jeder Scheinwiderstandsmessung kommt jedoch auch über die Gl.n. (7) bis (9) näher an die Ergebnisse aus Abb. 7 heran. Die Sättigungssäue, und die Abb. 7 und 8, werden durch längere Wechselstrombehandlung innerhalb der Beobachtungsgeometrie nicht beeinflusst. Dies ist ein Zeichen dafür, daß bei Vorhandensein einer Domänenstruktur die Müllersche Theorie hinaus weitere Effekte zu berücksichtigen sind.

Die gute Übereinstimmung zwischen Abb. 7 und 9 innerhalb des ferroelektrischen Temperaturgebietes ist in einem Abstand vom Curie-Punkt von einigen Grad, wo die (D, E) -Beziehung praktisch linear wird, für nichts als eine Unabhängigkeit der Dielektrizitätskonstante von der Frequenz zwischen 50 Hz und 100 kHz, die ohnehin als gesichert gilt. Die „Hysteresefähigkeit“ ist ja in diesem Temperaturbereich praktisch eine Widerstandsmessung, bei der der Oszilloskop als Meßinstrument benutzt wird. Kleine systematische Unterschiede zwischen den einzelnen Kristallen außerhalb des ferroelektrischen Gebietes sind geringe Differenzen der Curie-Temperaturen bei verschiedenen Kristallen zurückzuführen. Die Curie-temperaturen stimmten innerhalb der Meßgenauigkeit überein.

8. Diskussion

Die erhaltenen Ergebnisse zeigen, daß der von MÜLLER [1] eingeschlagene Weg zur Darstellung der dielektrischen Nicht-Linearität des Seignettesalzes richtig ist. Die Darstellung (1) ist mit großem Aufwand die einfachste. Die Umkehrfunktion $D = D(E)$ ist komplizierter. Entsprechende Reihenentwicklungen konvergieren schlechter und besitzen Koeffizienten, die sämtlich temperaturabhängig sind.

Der für B angegebene Wert, $61 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$, liegt etwas höher als die Angabe von MÜLLER [1], der B von der Abhängigkeit der Dielektrizitätskonstante von der Feldstärke knapp oberhalb des oberen Curiepunktes ermittelte. MÜLLER konnte jedoch keine experimentellen Angaben über die Temperaturabhängigkeit von B machen.

Ein Zahlenbeispiel mag zeigen, daß die Größenordnung von B keine für die Ferroelektrizität des Seignettesalzes charakteristische Eigenschaft zu sein braucht. Wir nehmen hierzu an, daß die Gl. (1) mit demselben Zahlenwert für B auch für ein gewöhnliches Dielektrikum gültig sei und fragen, bei welcher Feldstärke sich der Dielektrizitätsmodul E/D um 1 % ändert. Da nach Gl. (1)

$$\frac{E}{D} = A + BD^2, \quad (10)$$

ergibt sich bei einer dielektrischen Verschiebung

$$D = 0,1 \sqrt{\frac{A}{B}} \quad (11)$$

der Fall. Setzt man das in Gl. (1) ein, so folgt

$$E = 0,101 \sqrt{\frac{A^3}{B}}. \quad (12)$$

Für eine relative Dielektrizitätskonstante $\epsilon/\epsilon_0 = 5$, also $A = 1/\epsilon = 2,26 \cdot 10^{10} \text{ Vm/C}$, ergibt sich aus Gl. (12) mit $B = 61 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$ eine Feldstärke von $43,9 \text{ MV/m}$. Es ist aber durchaus möglich, daß bei derart hohen Feldstärken die Dielektrizitätskonstante auch bei gewöhnlichen Dielektrika schwach feldabhängig wird. Die Nicht-Linearität des dielektrischen Verhaltens tritt also bei Seignettesalz nicht deshalb so deutlich in Erscheinung, weil die nicht-linearen Glieder ungewöhnlich groß sind, sondern nur, weil der Dielektrizitätsmodul so klein ist. Dadurch wird die Verschiebung der Ladungsträger so groß, daß die Nicht-Linearität der Bindungskräfte des Kristallgitters bemerkbar wird.

Es sei bei dieser Gelegenheit noch bemerkt, daß ein Zusatz von 1 Mol-% Ammonium, das den Koeffizienten A in der Darstellung in Abb. 7 und 9 beträchtlich nach oben verschiebt, weder die Gültigkeit der Gl. (1) noch den Zahlenwert des Koeffizienten B merklich verändert. Bekanntlich verschwindet bei 3 % Ammoniumzusatz der ferroelektrische Bereich bereits völlig [3]. Messungen an stärker dotierten Kristallen wurden von uns bisher nicht durchgeführt.

Im Vergleich hierzu ist auffallend, daß der entsprechende Koeffizient bei Bariumtitanat nach DROUGARD, LANDAUER und YOUNG [7] dem Betrage nach um über vier Zehnerpotenzen kleiner ist. Im Vergleich zu Seignettesalz verschwindet also bei Bariumtitanat in der Reihenentwicklung (2) praktisch auch noch das kubische Glied außer dem linearen Term, der bei beiden Stoffen nahe bei Null liegt. Dem Verfasser ist für keinen anderen Stoff die Größenordnung des kubischen Gliedes in Gl. (1) bzw. (2) bekannt.

Die in Abschnitt 7 dargestellte schlechte Übereinstimmung zwischen β und A gemäß Gl. (8) ist sicher auf einen Einfluß der Domänenstruktur zurückzuführen. Gl. (8) bedeutet physikalisch, daß die Dielektrizitätskonstante durch die Tangente der (D, E) -Beziehung (1) im Remanenzpunkt gegeben ist, daß sich also der gesamte Kristall im Zustand der Remanenz befindet und Umpolarisierungsvorgänge bei kleinen Amplituden nicht auftreten. Schon früher [4] wurde darauf hingewiesen, daß innere mechanische Spannungen zu Abweichungen von der Remanenz nach Gl. (1) und damit zu Änderungen der Dielektrizitätskonstante führen. Eine genauere Erklärung erfordert eine eingehende Beschäftigung mit der Realstruktur der Kristalle.

Desgleichen muß die Diskrepanz zwischen experimenteller und theoretischer Koerzitivfeldstärke, die mit zu den Ausgangspunkten dieser Arbeit gehörte, nun mit Sicherheit Effekten zugeschrieben werden, die in einer Zustandsfunktion von der Art der Müllerschen Gl. (1) nicht erfaßt werden. Diese Frage kann nur durch eine Untersuchung des Umpolarisierungsmechanismus gelöst werden, der vor allem bei Bariumtitanat [8], [9], aber auch bei Seignettesalz [10] und anderen Stoffen [11] von verschiedenen Seiten schon behandelt wurde.

Zusammenfassung

Es wird durch Anwendung elektrischer Differentiation die Gültigkeit der Müllerschen Gleichung für die dielektrische Nicht-Linearität freier Seignette-

kristalle bestätigt. Durch Auswertung von Hysteresekurven werden die beiden Konstanten A und B der Müllerschen Gleichung in Abhängigkeit von der Temperatur ermittelt. Dabei ergibt sich für den Temperaturgang von A eine bessere Symmetrie im ferroelektrischen Temperaturgebiet als bei Messungen der freien Dielektrizitätskonstante, aus denen A ebenfalls gewonnen werden kann. Für B ergibt sich mit einer Genauigkeit von etwa 10% unabhängig von der Temperatur der Wert $61 \cdot 10^{12} \text{ Vm}^5/\text{C}^3$. Es besteht kein Grund zu der Annahme, daß dieser Zahlenwert im Vergleich zu normalen dielektrischen Stoffen ungewöhnlich hoch ist. Unstimmigkeiten zwischen der Müllerschen Gleichung einerseits und der Dielektrizitätskonstante und der Koerzitivfeldstärke andererseits werden den Einflüssen der Domänenstruktur zugeschrieben.

Herrn Professor Dr. H. BITTEL möchte ich für das ständige Interesse an diesen Untersuchungen und für die Bereitstellung von Institutsmitteln herzlich danken.

Literatur: [1] MÜLLER, H.: Phys. Rev. **58**, 565 (1940). — [2] DEVONSHIRE, A.F.: Adv. Physics **3**, 85 (1954). — [3] Cady, W.G.: Piezoelectricity. New York: McGraw-Hill 1946. — [4] MÜSER, H.E.: Z. angew. Phys. **10**, 249 (1958). — [5] WYER, C.B., and C.H. TOWER: Phys. Rev. **35**, 269 (1935). — [6] MERZ, W.J.: Phys. Rev. **91**, 513 (1953). — [7] DROUGAR, M.E., R. LANDAUER and D.R. YOUNG: Phys. Rev. **98**, 101 (1955). — [8] MERZ, W.J.: Phys. Rev. **95**, 690 (1954). — [9] LANDAUER, R.: J. Appl. Phys. **28**, 227 (1957). — [10] WITDER, H.H.: Phys. Rev. **110**, 29 (1958). — [11] FATUZZO, E. and W.J. MERZ: Phys. Rev. **116**, 61 (1959).

Privatdozent Dr. HORST E. MÜSER,
Institut für Angewandte Physik
der Universität Münster i. Westf.

Ein Spektrometer für paramagnetische Elektronenresonanz mit verschiedenen Nachweismethoden

Von DIETER BÖSNECKER

Mit 10 Textabbildungen

(Eingegangen am 22. Februar 1960)

1. Einleitung

Paramagnetische Resonanzabsorption tritt bei Übergängen zwischen den Zeeman-Niveaus eines paramagnetischen Atoms, Ions oder Moleküls auf. Jedes Energieniveau mit der Quantenzahl J spaltet bekanntlich im Magnetfeld H in $2J+1$ Terme mit der magnetischen Zusatzenergie $\Delta E_M = g\mu_B H \cdot M_J$ auf, wobei die magnetische Quantenzahl M_J von $+J$ bis $-J$ läuft. Da bei der verwendeten Meßanordnung nur Übergänge mit Änderung von M_J um ± 1 erlaubt sind, ergibt sich hieraus die Resonanzbedingung

$$h\nu = g\mu_B H. \quad (1)$$

Aus dem Verhältnis ν/H läßt sich sehr genau der g -Faktor bestimmen, dessen Wert Aufschluß über den Beitrag des Bahn- und des Eigendrehimpulses zum magnetischen Moment eines Ions gibt. Aus Breite, Form und Temperaturabhängigkeit dieser Parameter der Resonanzkurve lassen sich Aussagen über den Einfluß der verschiedenen Relaxationsmechanismen gewinnen.

Für die Untersuchungen der Spektren paramagnetischer Ionen in Lösungen mußte eine Nachweisapparatur aufgebaut werden, die Meßmöglichkeiten bei nachfolgenden Bedingungen bieten sollte:

a) Hohe Empfindlichkeit, um auch in den oft stark verdünnten, manchmal mit erheblichen dielektrischen Verlusten behafteten (z. B. Wasser als Lösungsmittel) Substanzen Resonanzen beobachten zu können, und

b) tiefe Temperaturen. Mit der Temperaturverminderung ist nicht nur die Ausschaltung der Spingitter-Wechselwirkung erreichbar, sondern es tritt eine weitere Vergrößerung der Absorption ein, weil ja auf Grund der Boltzmann-Verteilung der Unterschied in den Besetzungszahlen benachbarter Energieniveaus mit niedriger Temperatur größer wird.

Zu diesem Zweck wurde die Apparatur für paramagnetische Resonanzmessungen, die früher [1] in Institut gebaut wurde, weiterentwickelt.

Zur Auflösung der Zeeman-Niveaus sind Felder von einigen 1000 G erforderlich, so daß sich aus der Resonanzbedingung (1) Frequenzen von 10^9 bis 10^{10} Hz ergeben. Die Absorptionslinien liegen also im Mikrowellengebiet; ihr Nachweis erfordert die Anwendung der von der üblichen Hochfrequenztechnik abweichenden cm-Wellen-Technik. Als Strahlungsquelle für die bei $\lambda=3$ cm arbeitende Apparatur wird ein Reflexklystron von einigen 10 mW Ausgangsleistung verwendet. Die Meßzelle ist ein zylindrischer Hohlraumresonator. Die paramagnetische Probe befindet sich an der Stelle innerhalb des Hohlraumes, an der das hochfrequente Magnetfeld sein Maximum hat. Resonanzfrequenz ν_0 und Güte Q des Hohlraumresonators hängen mit von den magnetischen und elektrischen Eigenschaften der Probe ab, und zwar ändern sie sich beim Einbringen der Probe in folgender Weise [2]:

$$\frac{\Delta\nu}{\nu_0} = -\frac{1}{2} \chi'_e \int E_r^2 dt - \frac{1}{2} \chi'_m \int H_r^2 dt, \quad (2)$$

$$\Delta\left(\frac{1}{Q}\right) = \left(\chi'_e + \frac{\sigma}{\epsilon_0 \cdot 2\pi\nu}\right) \int E_r^2 dt + \chi'_m \int H_r^2 dt. \quad (3)$$

Dabei sind die elektrischen und magnetischen Suszeptibilitäten χ_e und χ_m in der üblichen Weise in Real- und Imaginärteil aufgespalten:

$$\chi_e = \chi'_e - i\chi''_e; \quad \chi_m = \chi'_m - i\chi''_m. \quad (4)$$

E_r und H_r stellen die über das Probenvolumen V gemittelten elektrischen bzw. magnetischen Feldstärken dar.

Beim Auftreten der paramagnetischen Resonanz ändern sich sowohl χ'_m als auch χ''_m , d. h. es tritt gleichzeitig Verstimmung (Dispersion) [3] und erhöhte

nung (Absorption) auf. Die Nachweisapparatur ausgelegt, daß sie beide Effekte trennt. Da die Messungen bei konstanter Frequenz ausgeführt werden, ist die Resonanzbedingung wird durch Variation des Magnetfeldes erfüllt), hat eine etwa auftretende starke Frequenzabhängigkeit der elektrischen Suszeptibilität (anomale Dispersion) keinen Einfluß auf die beobachteten Kurvenform.

In folgenden werden zunächst die verschiedenen Nachweismethoden im Prinzip erläutert, die es gestatten, die beschriebene Apparatur vielseitig, d.h. für verschiedene Probleme in optimaler Weise, einzusetzen. Dann wird die analytische Berechnung der Signalstärke für die am häufigsten eingesetzte Methode, die paramagnetische Wobbelung, kurz skizziert. Daraus lassen sich Optimalbedingungen für Dimensionierung ableiten. Zum Schluß werden weitere apparative Möglichkeiten angeführt.

2. Nachweismethoden

„Gleichstrom“-Methode

Wie vom Hohlraumresonator durchgelassene bzw. reflektierte cm-Welle gelangt zu einer Kristalldiode, so wird der Richtstrom ein Maß für diese Energie darstellt. Bei konstanter Klystronfrequenz ändert sich der Richtstrom bei Magnetfeldänderung und auftretender paramagnetischer Resonanzabsorption. Als Funktion des Magnetfeldes auf einem Schreiber aufgezeichnet ergibt der Richtstrom die paramagnetische Resonanzkurve. Diese „Gleichstrom“-Methode ist jedoch sehr unempfindlich und eignet sich nur für starke Resonanzabsorption.

Man muß daher eine der veränderlichen Größen der Resonanzbedingung (entweder ν oder H) modulieren um Wechselspannungssignale vom Detektor zu erhalten, die sich höher verstärken lassen.

FM-Verfahren

Das Klystron wird mit einer Sägezahnspannung, einem Reflektor zugeführt wird, frequenzmoduliert. Die frequenzmodulierte cm-Welle gelangt über den Seitenarm eines magischen T zum Reflexionsresonator, der an einem Seitenarm angeschlossen ist. Der andere Seitenarm ist durch einen Kurzschluß abgeschlossen. Der H -Arm liegt der Kristalldetektor, der die Differenz der beiden Seitenarmen reflektierten Wellen aufnimmt. Vom Kurzschluß wird die gesamte Energie abgeleitet (das ist die Schwingkurve des Klystrons), der Resonator die gesamte Energie minus der im Detektor aufgespeicherten (das ist Schwingkurve minus Resonanzkurve). Der Detektor liefert also Impulse, die die Form der Resonanzkurve des Hohlraumresonators haben, und deren Impulsfrequenz gleich der Sägezahnfrequenz ist (50 Hz). Nach breitbandiger Niederfrequenzverstärkung werden diese Impulse an die Vertikalplatten eines Oszillographen gelegt, an dessen Horizontalplatten eine dem Magnetfeld proportionale Spannung gelegt wird [3]. Bei konstantem Magnetfeld entsteht auf dem Oszillographenschirm ein Strich, dessen Länge der Höhe der Resonanzkurve des Hohlraumresonators entspricht. Wenn das statische Magnetfeld variiert, dann wandert der Strich horizontal über den Schirm und verkürzt sich bei auftretender paramagnetischer Resonanzabsorption. Man erhält durch Photographieren des

Schirmbildes eine leuchtende Fläche, deren obere Begrenzung die paramagnetische Resonanzkurve darstellt.

Die mit der Absorption verbundene Dispersion, d.h. die Verstimmung des Resonators, wird bei dieser Nachweismethode eliminiert, da nur die Höhe der Resonanzkurve, und nicht deren Lage in bezug auf die Schwingkurve, in erster Näherung zum aufgezeichneten Signal beiträgt. Zur besseren Ausnützung des Oszillographenschirmes und damit zur Empfindlichkeitssteigerung werden die Impulse, bevor sie zum Oszillographen gelangen, auf eine Abschneidestufe gegeben, die nur den oberen Teil der Impulse durchläßt. Bei Verwendung des Kompensationsschreibers werden die Impulse einem Richtverstärker zugeführt, dessen Ausgangs(gleich)spannung der Impulshöhe proportional ist. Durch Wahl der Vorspannung kann man auch hiermit den nicht interessierenden unteren Teil der Resonanzkurven-förmigen Impulse abschneiden. Die Empfindlichkeit dieser Methode wird durch das Niederfrequenzrauschen des Kristalldetektors und das Rauschen des breitbandigen Ni -Verstärkers begrenzt. Sie eignet sich daher besonders zur Aufzeichnung breiter Resonanzkurven. Zur Erhöhung der Empfindlichkeit wird ein Doppelmodulationsverfahren verwendet. Das Klystron wird noch zusätzlich mit einer sinusförmigen Hochfrequenzspannung von etwa 500 kHz frequenzmoduliert. Es entstehen daher im Richtstrom des Kristalldetektors Signale mit einer Frequenz von 500 kHz, die nach selektiver Verstärkung einem Phasendetektor zugeführt werden. An dessen Ausgang erhält man bei richtigem Abgleich wieder Impulse von der Gestalt der Resonanzkurve des Hohlraumresonators, die dann wie oben weiterbehandelt werden. Damit läßt sich die Empfindlichkeit um den Faktor 30 steigern, wie in der Diplomarbeit des Verfassers näher untersucht wurde.

Magnetische Wobbelung

Zur Darstellung der Vergrößerung der Dämpfung des Hohlraumresonators beim Auftreten der paramagnetischen Resonanzabsorption wird bei konstanter Frequenz des Klystrons zum statischen Magnetfeld ein magnetisches Wechselfeld hinzugefügt. Hierbei ändert sich das wirksame Magnetfeld periodisch, und die Resonanzbedingung ist nur zu bestimmten, ebenfalls periodisch erscheinenden Zeiten erfüllt. Ändert man z.B. das zusätzliche magnetische Wechselfeld sägezahnförmig mit der Zeit, so erhält man am Nachweisdetektor die sich ändernde Resonatorgüte als Funktion, und daher periodisch mit der Zeit, wenn das Klystron auf die Resonanzfrequenz des Hohlraumresonators abgestimmt ist und die Amplitude des magnetischen Wobelfeldes so groß ist, daß die gesamte paramagnetische Resonanzkurve überstrichen wird. Man kann also vom Nachweisdetektor eine Wechselspannung entnehmen und diese nach hinreichend breitbandiger Verstärkung zu den Vertikalplatten eines Oszillographen führen. Legt man an die Horizontalplatten eine, dem magnetischen Wobelfeld proportionale Sägezahnspannung, so entsteht auf dem Oszillographenschirm das Bild der paramagnetischen Resonanzkurve. Da es im Prinzip gleich ist, welchen zeitlichen Kurvenverlauf das magnetische Wechselfeld hat, wenn nur eine zu ihm proportionale Spannung zur Zeitablenkung auf dem Oszillographen verwendet wird,

nimmt man der Einfachheit halber sinusförmige Spannungen. Die Frequenz soll bei visueller Beobachtung so groß sein, daß kein Flimmern auftritt, andererseits ist nach oben eine Grenze durch die erforderliche breitbandige Verstärkung (etwa 10 bis 100 Oberwellen) gesetzt. In der beschriebenen Apparatur werden 81 Hz verwendet.

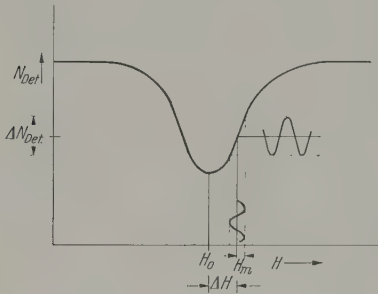


Abb. 1. Prinzip der magnetischen Wobbelung

Diese magnetische Wobbelung mit großem Wobbelhub (groß gegen die Linienbreite) eignet sich nur für schmale Resonanzkurven. Die Empfindlichkeit ist nicht wesentlich besser als bei Verwendung der Frequenzmodulation, da zum Nachweis ebenfalls eine breitbandige Anordnung erforderlich ist.

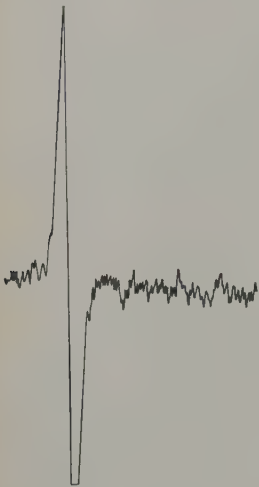


Abb. 2. Registrierkurve von 10^{-6} g DPPH

Eine wesentliche Erhöhung der Nachweisempfindlichkeit läßt sich nur durch Einschränkung der Bandbreite des Nachweiskanal erzielen, da die mittlere Rauschspannung ja der Wurzel der Bandbreite des Verstärkers proportional ist. Das führt zur magnetischen Wobbelung mit kleinem Wobbelhub (klein gegen die Linienbreite der Resonanzkurve): differentielle Abtastung. Wie man aus Abb. 1 ersieht, verursacht eine kleine sinusförmige Wobbelung des Magnetfeldes um den mittleren Wert H eine ebensolche Schwankung der Intensität der cm-Welle (Ampli-

tudenmodulation), wenn das mittlere statische Feld H so gewählt ist, daß man auf der Flanke der paramagnetischen Resonanzkurve arbeitet. Auf der Spitze tritt nur Amplitudenmodulation mit der doppelten Wobbelfrequenz auf, und auf der anderen Flanke hat sich die Phase gegenüber der Wobbelspannung geändert. Die amplitudenmodulierte cm-Welle wird im Nachweisdetektor demoduliert; die Signalspannung kann nun in einem schmalbandigen Verstärker verstärkt werden, da es bei dieser Nachweisart nur auf die Phase zwischen magnetischem Wechselfeld und Signalspannung ankommt. Auf den Schmalbandverstärker folgt daher ein Phasendetektor, an dessen Ausgang eine Gleichspannung entsteht, die ein Maß für die Phasenverschiebung zwischen Wechselfeld und Signal-

spannung ist. Diese Gleichspannung wird über einen Kathodenfolger einem Kompensationsschreiber zugeführt, der die Ableitung der paramagnetischen Resonanzkurve aufzeichnet.

Mit dieser Methode läßt sich die größte Nachweisempfindlichkeit erzielen. Es ergaben 10^{-6} g des freien Radikals Diphenylpicrylhydrazyl (DPPH) bereits bei Zimmertemperatur noch Vollausschlag auf dem Schreiber (Abb. 2), woraus man in der üblichen Weise die Grenzempfindlichkeit (Rauschsignalverhältnis 1:1 für eine Kurve mit 1 G Halbwertsbreite) zu etwa 10^{-11} Mol/G extrapolieren kann.

Für diese Methode müssen jedoch immer Klystronfrequenz und Resonanzfrequenz des Hohlraumresonators übereinstimmen, damit die Dispersion keine Veränderung der Kurvenform bewirken kann. Deshalb wird mit einer Regelschaltung die Klystronfrequenz der Resonatoreigenfrequenz nachgeregelt.

3. Berechnung

Zur optimalen Dimensionierung und zum Abgleich der Apparatur auf größte Empfindlichkeit ist es nötig, den funktionellen Zusammenhang der verschiedenen Parameter explizit zu kennen.

Daher wird von den bekannten Rechnungen für die Kernresonanz ausgehend ([4], dort weitere Literaturzitate) die Berechnung für die häufigste Nachweismethode der paramagnetischen Resonanz, die magnetische Wobbelung, durchgeführt, zumal hier die Signalentstehung nicht ganz durchsichtig ist. Die Analogie zwischen Kern- und Elektronenresonanzen sind ja sehr weitgehend (es konnte z. B. auch die der Kerninduktion analoge Erscheinung bei Elektronenresonanz nachgewiesen werden [5]), so daß dieser Ausgangspunkt gerechtfertigt sein dürfte.

Das statische Magnetfeld H wird in z-Richtung, das hochfrequente Magnetfeld H_1 senkrecht dazu in der $x-y$ -Ebene angelegt. Zum statischen Magnetfeld wird das Wobbfeld H_m mit der Wobbelfrequenz Ω_m hinzugefügt. Alle diese Felder bewirken in der Probe eine Magnetisierung M , deren Komponenten M_x , M_y und M_z in Fourier-Reihen nach Ω_m entwickelt werden. Die einzelnen Fourier-Koeffizienten werden wiederum nach der Amplitude des Wobbfeldes H_m , bezogen auf die Linienbreite ΔH_2 entwickelt, um die Bloch'schen Gleichungen auflösen zu können.

Da der Phasendetektor nur die Grundwelle aufzeichnet und nur kleine Modulationsamplituden verwendet werden, brauchen wir in beiden Entwicklungen nur die ersten Glieder zu berücksichtigen. Somit ergibt sich bei Vernachlässigung kleiner Größen für den mit der Grundwelle periodischen Anteil des Imaginärteiles χ'' der Suszeptibilität in Abhängigkeit von der Abweichung ΔH von der Resonanzstelle ($\Delta H = 0$):

$$\chi''_{1,1}(\Delta H) = \Delta H_2^2 \frac{2 \cdot \Delta H - j \frac{\Omega_m}{g \mu_B} \hbar}{[\Delta H_2^2 + \Delta H^2]^2} \quad (5)$$

Nach den Beziehungen von SLATER (2 und 3) bewirkt χ' eine Verstimmung des Resonators, χ'' eine erhöhte Dämpfung. Da die Verstimmung bei dieser Apparatur ausgeregelt wird, bleibt nur die Güteänderung übrig, und auch von dieser wird nur der mit Ω_m periodische Anteil nachgewiesen.

nach schmalbandiger Verstärkung gelangt also das Signal auf den Eingang des Phasendetektors, das viel größer ist als (5), wobei V ein konstanter kom-
plexer Faktor ist, der von der Einstellung der Appa-
ratur, insbesondere auch von der Ankopplung des
Generators abhängt.

Phasendetektor

Die Schaltung [6] zeigt Abb. 3. Die Doppeltriode
wird bei sehr starker Aussteuerung nicht mehr als
eines Schaltelement zu betrachten; sie wirkt viel-
mehr als Umschalter. Daher ergibt sich das Ersatz-
schaltbild Abb. 4.

Wir betrachten zunächst die erste Halbwelle der
Schaltspannung (Schalter links). Es ist der Strom
durch den Schalter

$$i_1 = \frac{u_M^{(1)}}{R_{\text{tot}}} = \frac{2R_A + R}{R_A(R_A + R)} u_M^{(1)}, \quad (6)$$

bei $u_M^{(1)}$ der Wert der Meßspannung u_M während
der ersten Halbwelle ist. Der Strom durch das An-
zeige-Instrument R , i_1' , ist

$$i_1' = \frac{1}{R_A + R} u_M^{(1)}. \quad (7)$$

Analog ergibt sich für den Instrumentenstrom wäh-
rend der zweiten Halbwelle

$$i_2' = \frac{1}{R_A + R} u_M^{(2)}. \quad (8)$$

Die Meßspannung ist sinusförmig und gegen die
Schaltspannung um den Winkel φ phasenverschoben:

$$u_M = U_M \cos(\Omega_M t + \varphi). \quad (9)$$

Da das Anzeige-Instrument wegen seiner Trägheit
nicht der zeitlichen Veränderung von u_M folgen kann,
messen wir nur den Mittelwert von u_M . Während der
ersten Halbwelle der Schaltspannung beträgt dieser

$$\bar{u}_M^{(1)} = \frac{1}{\pi} \int_0^\pi U_M \cos(\Omega_M t + \varphi) d(\Omega_M t) \left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} \quad (10)$$

$$= -\frac{\text{const}}{\pi} U_M \cos \varphi$$

Analog während der zweiten Halbwelle

$$\bar{u}_M^{(2)} = \frac{1}{\pi} \int_\pi^{2\pi} U_M \cos(\Omega_M t + \varphi) d(\Omega_M t) \left. \begin{array}{l} \\ \\ \end{array} \right\} \quad (11)$$

$$= \frac{\text{const}}{\pi} U_M \cos \varphi.$$

Der Instrumentenstrom ist die Differenz der mittleren
Strome während der beiden Halwellen, also

$$\bar{i}_R = \bar{i}_1 - \bar{i}_2 = \frac{2}{R_A + R} \cdot \frac{\text{const}}{\pi} U_M \cos \varphi. \quad (12)$$

Es wird die Ausgangsspannung des Phasendetektors,
an den Enden von R abgenommen werden kann:

$$U_R = \bar{i}_R \cdot R = \frac{2R}{R_A + R} \cdot \frac{\text{const}}{\pi} U_M \cos \varphi; \quad (13)$$

$$\text{d. h. } U_R \sim U_M \cos \varphi.$$

R soll möglichst klein sein, es muß aber immer groß
sein gegen den Innenwiderstand des Schalters, d. h. der
Leistung, bleiben. R soll möglichst groß sein.

Für die weitere Verfolgung des Signals ist jedoch
der Zusammenhang $U_R \sim U_M \cos \varphi$ besonders wichtig.
Die Meßspannung (3.31) formen wir um:

$$\left. \begin{array}{l} U_M = |U_M| \cdot e^{i\varphi}; \\ |U_M| = \frac{\Delta H_2^2}{[\Delta H_2^2 + \Delta H^2]^2} \sqrt{4 \Delta H^2 + \frac{\Omega_m^2}{g^2 \mu_B^2} \hbar^2}; \\ \text{tg } \varphi = \frac{\Omega_m}{2 \cdot \Delta H g \mu_B} \cdot \hbar = \frac{\Omega_m}{2 \cdot \Delta H \cdot \gamma}; \end{array} \right\} \quad (14)$$

dabei ist also $|U_M|$ der Betrag der Meßspannung, φ die
Phasenverschiebung zwischen Meßspannung und Mo-

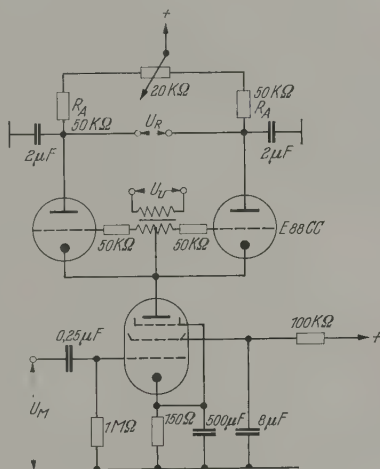


Abb. 3. Schaltbild des Phasendetektors

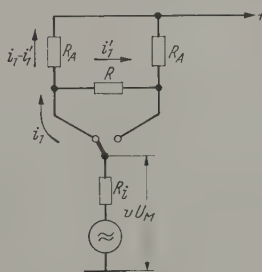


Abb. 4. Ersatzschaltbild des Phasendetektors

dulationsspannung. Wenn keine Phasenverschiebung
zwischen diesen beiden Spannungen besteht, ist $\varphi = 0$,

$$\cos \varphi = \cos \psi = \frac{1}{\sqrt{1 + \text{tg}^2 \varphi}} = \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\Omega_m^2}{4 \gamma^2 \Delta H^2}}} \quad (15)$$

und wir bekommen

$$U_R(\Delta H) = c \cdot \frac{1}{\Delta H_2} \cdot \frac{2 \frac{\Delta H}{\Delta H_2}}{\left[1 + \left(\frac{\Delta H}{\Delta H_2}\right)^2\right]}. \quad (16)$$

Dieser Ausdruck stellt die Ableitung der Resonanz-
kurve dar, wie man sie bei Kern- und Elektronen-
resonanz (bei Vernachlässigung der Austauschwechsel-
wirkung) erhält, nämlich der Lorentz-Kurve

$$f(\Delta H) = \frac{1}{1 + \left(\frac{\Delta H}{\Delta H_2}\right)^2}. \quad (17)$$

Im Ergebnis (16) sind Ω_m und γ nicht mehr enthalten, d.h. Modulationsfrequenz und Größe des statischen Magnetfeldes bzw. der Klystronfrequenz ω haben keinen Einfluß auf die Kurvenform (wenn sie nicht ΔH_2 direkt beeinflussen). Man sieht weiter, daß die registrierte Spannung umgekehrt proportional zur Linienbreite ΔH_2 ist. Die Rechnung bestätigt also auch die anschaulich gewonnene Erkenntnis, daß die Nachweismethode der magnetischen Wobbelung besonders für schmale Resonanzkurven geeignet ist.

Es kann jedoch noch zwischen Modulations- und Schaltspannung eine feste Phasenverschiebung α herrschen, die man mit einem Phasenschieber auf den besten Wert für höchste Empfindlichkeit einstellen kann. Aus der Rechnung ergibt sich, daß man auf dem einen Wendepunkt α so einstellen muß, daß $\varphi = 0$, d.h. $\operatorname{tg} \alpha = \operatorname{tg} \psi$ ist, dann muß diese Bedingung automatisch auch für den anderen Wendepunkt erfüllt sein. Die Lissajous-Figur auf einem Oszillographenschirm muß bei beiden Wendepunkten ein Strich werden. Das ist die Abgleichbedingung für günstigste Einstellung von α am Phasenschieber.

Optimale Ankopplung

Zur Erreichung höchster Empfindlichkeit müssen die Verluste des Hohlraumresonators, die durch die Probe ($1/Q_p = q_p$) und die Ankopplung ($1/Q_1 = q_1$) auftreten, in einem bestimmten Verhältnis zueinander stehen.

Aus einer Extremwert-Berechnung ergibt sich schließlich

$$q_1 = (2 \pm \sqrt{3}) q; \quad \xi = \frac{q_1}{q} = 2 \pm \sqrt{3}, \quad (18)$$

$$q_p = \frac{q_0}{n-1}. \quad (19)$$

($Q_0 = 1/q_0$: Güte des leeren unangekoppelten Resonators, $q = q_0 + q_p$), wenn wir annehmen [7], daß die Verluste der Probe $q_p \sim V^n$, (wobei V das Probenvolumen ist), während die Änderung $\Delta q_p \sim V$ sein soll. Der Exponent n hängt von der Verteilung des elektrischen Feldes über das Probenvolumen ab. Bei einer zylindrischen Probe im zylindrischen Resonator wird $n=2$, d.h. $Q_p = Q_0$.

Es muß demnach sein bei Anpassung auf optimale Nachweisempfindlichkeit

1. mit Probe $\xi = 2 \pm \sqrt{3} = 3,73$ bzw. 0,27; $|r|^2 = 0,33$

$$Q_L = \frac{1}{2,54} Q_0 \quad \text{bzw.} \quad \frac{1}{9,4} \cdot Q_0.$$

2. Ohne Probe bei unveränderter Ankopplung

$\xi' = \frac{1}{2} \xi = 1,87$ bzw. 0,14; $|r'|^2 = 0,09$ bzw. 0,57,

$$Q'_L = \frac{1}{1,54} Q_0 \quad \text{bzw.} \quad \frac{1}{8,4} \cdot Q_0.$$

Beim Einführen der Probe muß ξ also immer zunehmen. Für lose Ankopplung müssen Ankopplung (Q_1) und Probenvolumen (Q_p) so gewählt werden, daß beim Einsetzen der Probe ξ von 1,87 auf 3,37, $|r|^2$ von 0,09 auf 0,33 steigt und Q_L von $\frac{1}{1,54} Q_0$ auf $\frac{1}{2,54} \cdot Q_0$ sinkt, d.h. die gemessene Güte des angekoppelten gefüllten Resonators muß 60% der Güte des angekoppelten leeren Resonators betragen. Nimmt man an [3], daß $Q \sim \sqrt{P} \sim \sqrt{h}$ ist (h Höhe der auf dem Oszillographen-

schirm beobachteten Resonanzkurve bei Frequenzmodulation des Klystrons), dann ist $h = \frac{1}{3} h'$. Die Höhe der Resonanzkurve auf dem Oszillographenschirm muß beim Einsetzen der optimalen Probe auf $\frac{1}{3}$ zurückgehen.

Die Berechnungen haben gezeigt, daß bei der magnetischen Wobbelung mit einem Wobbelhub, der klein gegen die Linienbreite ist, nach dem Phasendetektor exakt die Ableitung der paramagnetischen Resonanzkurve auftritt, wenn folgende Bedingungen erfüllt sind: Amplitude des hochfrequenten Magnetfeldes klein gegen Linienbreite, Frequenz des magnetischen Wobbfeldes klein gegen die des hochfrequenten Magnetfeldes und Amplitude des Wobbfeldes klein gegen die Linienbreite. Ferner muß der Phasenschieber so eingestellt werden, daß bei den Maxima der Ableitung der Resonanzkurve die Phasenverschiebung 0 oder π zwischen Meß- und Schaltspannung auftritt. Schließlich ergibt sich ein für jede Probengünstigster Wert für die Ankopplung des Resonators an die Hohlleitung. Da man jedoch nicht ohne weiteres eine variable Ankopplung herstellen kann, wurde die Größe des Koppeloches durch vorsichtiges Vergrößern des Durchmessers (Ankopplung geht mit der 6. Potenz des Durchmessers!) für den ungünstigsten Fall nämlich stark dämpfendes Wasser im Probenröhrchen eingestellt.

4. Apparative Einzelheiten

Es wird nun die im Rahmen dieser Arbeit aufgebaute Apparatur näher beschrieben. Ein Überblick läßt sich am leichtesten an Hand der Blockschaltbild Abb. 5 und 6 gewinnen. Zur Darstellung von Absorptions- und Dispersionskurven sind die bereits im Prinzip erläuterten Methoden durchführbar. Somit läßt sich die Art des Nachweises an das jeweilige Problem anpassen. Je empfindlicher jedoch die Methode ist, um so länger dauert der Abgleich und die Messung, daß man aus Zeitgründen für starke Effekte bzw. große Substanzmengen die unempfindlichen Methoden anwenden wird.

Abb. 5 zeigt das Blockschaltbild bei Frequenzmodulation des Klystrons. Die im Klystron 723 A/ erzeugte cm-Welle gelangt über eine Einwegleitung und ein variables Dämpfungsglied zum Magischen T, dessen Seitenarme mit dem Resonator bzw. dem Kurenschluß abgeschlossen sind. Im H-Arm befindet sich der Kristalldetektor, der die Differenz der aus den beiden Seitenarmen kommenden Wellen gleichrichtet. Bei Doppelmodulation wird das Klystron außer der 50 Hz-Sägezahn noch eine 500 kHz-Sinusspannung über einen Trennverstärker zugeführt. Das vom Detektor kommende Signal wird in einem Resonanzverstärker, der auf 500 kHz abgestimmt ist, verstärkt, danach in einem Phasendetektor demoduliert. Das NF-Signal wird nun breitbandig weiterverstärkt und dann entweder über die Abschnidestufe einem Oszillographen oder über den Richtverstärker dem Kompositionsschreiber zugeführt. Wird zur Horizontalablenkung die 50 Hz-Sägezahnspannung benützt, dann entsteht auf dem Oszillographenschirm das richtige Abgleich des Magischen T die elektrische Resonanzkurve des Hohlraumresonators. Der Schreibernausschlag ist der Höhe dieser Resonanzkurve proportional. Mit dieser Anordnung erfolgt auch die genaue Frequenzmessung. Ein geringer Teil der vo-

tron kommenden Zentimeterwelle wird in einem Koppler ausgekoppelt, mit einer Kristalldiode ausgerichtet und auf die Mischstufe gegeben, der zudem eine mit dem Ver-
minderer erhaltene hohe Ober-
e des Quarzgenerators zu-
führt wird. Die Frequenz-
frequenz wird dem 10 MHz-
resonanzverstärker zuge-
leitet, dessen Ausgangssignal
in den 2. Oszillographen ge-
hen wird. Bei Horizontal-
lenkung mit dem 50 Hz
zahn entstehen auf des-
Schirm zwei Spitzen, die
0 MHz neben der Quarz-
welle liegen. Wird die-
Oszillographen noch die
esonanzkurve des Hohlraum-
generators zugeführt (vom
gang des NF-Verstärkers),
läßt sich dessen Reso-

folge Dispersion zu vermeiden. Bei Kühlung bewirkt das siedende Kühlmittel ferner geringe Erschütterungen (Mikrofonie) des Resonators, die sich als starke

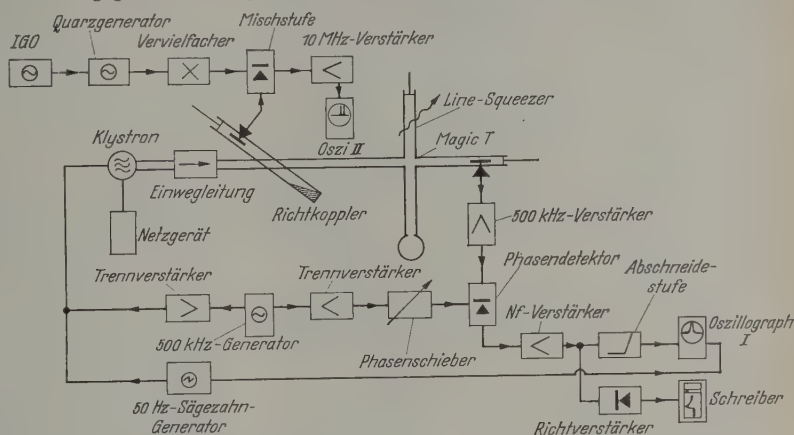


Abb. 5. Blockschaltbild. Anordnung bei Frequenzmodulation

zsfrequenz aus der relativen Lage
der Resonanzkurve zu den bei-
e Spitzen recht genau bestimmen.
Abb. 6 stellt das Blockschaltbild
e magnetischer Wobbelung dar.
Das Mikrowellensystem ist unver-
ändert gegenüber der oben beschrie-
benen Anordnung. Dem statischen
Magnetfeld wird nun ein magneti-
sches Wechselfeld von 81 Hz über-
lagert. Das 81 Hz-Signal wird im
Generator erzeugt, im Leistungs-
verstärker verstärkt und den Wob-
berstulen zugeführt. Das Detektor-
signal wird über einen 81 Hz-Reso-
nanzverstärker dem Phasendetektor
zugeführt, der ein Vergleichssignal
für den Phasenschieber vom 81-
Generator bekommt. Der richtige
Abgleich des Phasenschiebers wird
am Oszillograph I beobachtet.

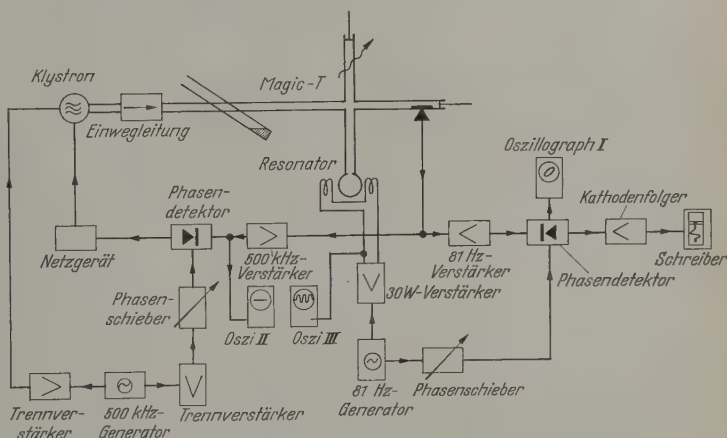


Abb. 6. Blockschaltbild. Anordnung bei magnetischer Wobbelung

Die Ausgangsspannung des Phasendetektors gelangt
über den Kathodenfolger und Tiefpässe zum Schreiber.
Die Frequenzregelung wird dem Klystron über den
Leistungsverstärker vom 500 kHz-Generator ein kleines
Signal zugeführt. Die nun mit 500 kHz frequenz-
modulierte cm-Welle erzeugt im Detektor eine
500 kHz-Spannung, die mit einem Resonanzverstärker
verstärkt wird und auf einen weiteren Phasendetektor
gegeben wird. Die Vergleichsspannung stammt vom
500 kHz-Generator über Trennverstärker und Phasen-
schieber. Die Ausgangsspannung des Phasendetektors
geht zur Steuerung der Klystronfrequenz und wird
über den Reflektor des Klystrons gegeben. Die
Kontrolle der Phasenschiebereinstellung erfolgt mit
Oszillograph II, dessen Ausschlag auf Minimum
ab Abstimmung eingestellt wird. Oszillograph III
geht zur Überwachung der Modulationsspannung von
50 Hz.

Frequenzregelung

Wie bereits mehrfach erwähnt, ist bei magnetischer
Wobbelung mit kleinem Wobbelhub eine Frequenz-
regelung erforderlich, um die Kurvenverzerrung in-

Schwankungen des Schreiberausschlags bemerkbar
machen. Auch dieser Effekt wird von der Regel-
schaltung ausgeregelt. Es ist sogar dadurch erst mög-



Abb. 7. Wirksamkeit der Frequenzregelung. Schreiberausschlag bei Kühlung mit flüssigem Sauerstoff. Links: ohne Regelung; rechts: mit Regelung (große Verstärkung)

lich geworden, mit dem Reflexionsresonator bei der
Abkühlung empfindliche Messungen durchzuführen.

Die Regelschaltung soll die Klystronfrequenz der
jeweiligen Resonanzfrequenz des Hohlraumresonators

anpassen. Zu diesem Zweck wird das Klystron mit 500 kHz frequenzmoduliert mit kleinem Hub. Im Nachweisdetektor entsteht dann ein 500 kHz-Signal, dessen Amplitude und Phase von der relativen Lage der jeweiligen Klystronfrequenz in bezug auf die Resonanzkurve des Hohlraumresonators abhängt. Nach der Verstärkung dieses Signals wird seine Phase mit der der Modulationsspannung in einem Phasendetektor verglichen. Bei richtigem Abgleich liefert der Phasendetektor eine positive oder eine negative Spannung, je nachdem, auf welcher Seite der Resonanzkurve die Klystronfrequenz liegt. Diese Gleichspannung wird zur Reflektorspannung des Klystrons geführt, so daß die Klystronfrequenz in entsprechender Weise geändert wird.

Bei auftretender paramagnetischer Resonanz muß die Regelspannung in Abhängigkeit vom Magnetfeld

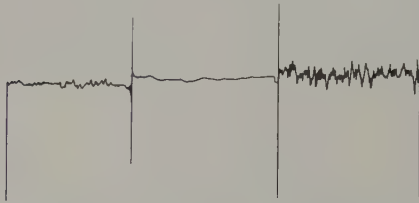


Abb. 8. Verringerung des Klystronrauschens infolge Frequenzregelung. Links: mit Regelung; Mitte: Rauschen des Niederfrequenzverstärkers allein; rechts: ohne Regelung

die Dispersionskurve darstellen. Das kann zum Nachweis der Wirksamkeit der Frequenzregelschaltung dienen. Außerdem hat man damit eine einfache Methode zur direkten Aufzeichnung der Dispersionskurve gewonnen.

Frequenzmessung

Die Klystronfrequenz wird mit einer bekannten Frequenz durch Mischung verglichen. Bei Frequenzmodulation des Klystrons wird die Differenzfrequenz einem 10 MHz-Resonanzverstärker zugeführt, an dessen Ausgang nur ein Signal entsteht, wenn die Frequenzdifferenz zwischen Klystron- und bekannter Frequenz gerade ± 10 MHz beträgt. Die bekannte Frequenz wird durch Vervielfachung der Frequenz eines Quarzoszillators von etwa 8 MHz auf 9200 MHz gewonnen [1]. Die Frequenz des Quarzoszillators wird verglichen mit einer variablen Frequenz, die von der Rhode & Schwarz-Normalfrequenz von 1000 Hz (Genauigkeit 10^{-8}) durch Vervielfachung und Synchronisierung eines Impulsgesteuerten Oszillators erzeugt wird. Die Frequenz des Quarzoszillators wurde damit zu

$$8001115 \pm 3 \text{ Hz}$$

bestimmt.

Für Routinemessungen ist diese hohe Genauigkeit nicht erforderlich, so daß die Klystronfrequenz durch einfachere und raschere Methoden gemessen werden kann. Es wird einfach die Wellenlänge im Hohlleiter dadurch bestimmt, daß der Kurzschluß in einem Seitenarm des Magischen T definiert um $\lambda/2$ verschoben wird. Die genaue Einstellung läßt sich sehr gut mit Hilfe des Frequenzregelsystems beobachten, denn für richtigen Abgleich hat die Regelspannung ein gut feststellbares Minimum, das auf Oszillograph 3 be-

obachtet wird. Dann ist die Klystronfrequenz

$$\nu = \frac{c}{\lambda_0} = c \sqrt{\frac{1}{\lambda^2} + \frac{1}{4a_0^2}} \quad (20)$$

λ_0 = Vakuumwellenlänge

λ = Wellenlänge im Hohlleiter

a_0 = Länge der Breitseite des Hohlleiters

$a_0 = 22,85 \pm 0,05 \text{ mm}$.

Für die Meßgenauigkeit ergibt sich nach totaler Differenziation

$$\frac{\Delta\nu}{\nu} = \left(\frac{\lambda_0}{\lambda}\right)^2 \cdot \frac{\Delta\lambda}{\lambda} + \frac{1}{4} \left(\frac{\lambda_0}{a_0}\right)^2 \frac{\Delta a_0}{a_0} \quad (21)$$

Im Meßbereich sind $(\lambda_0/\lambda)^2 \approx \frac{1}{4}$ $(\lambda_0/a_0)^2 \approx \frac{1}{2}$, also wird

$$\frac{\Delta\nu}{\nu} = \frac{1}{2} \left[\frac{\Delta\lambda}{\lambda} + \frac{\Delta a_0}{a_0} \right] \quad (22)$$

λ läßt sich auf 0,02 mm, a auf 0,05 mm genau bestimmen, so daß der maximale Fehler $\Delta\nu/\nu = 1,3\%$ wird.

Zur Kontrolle wurde eine auf diese Weise bestimmte Frequenz mit der genauen Methode verglichen. Die λ -Messung ergab 9205 und 9230 MHz; die direkte ν -Messung ergab bei Verwendung der 1152. Oberwelle der Quarzfrequenz 9207 und 9227 MHz für die gleichen Resonatoreinstellungen. Die tatsächliche Abweichung betrug also nur $0,3\%$.

Magnetfeldmessung

Das statische Magnetfeld wird mit einem 1,5 t wassergekühlten Elektromagnet mit Polschuhen von 147 mm Durchmesser erzeugt. Der Luftspalt beträgt 90 mm. Zur Verringerung der Feldinhomogenität an Ort der Probe wurden shims mit verschiedenen Abmessungen erprobt. Der beste Wert ergab sich mit Ringen von 144 mm Außendurchmesser, 114 mm Innendurchmesser und 3,5 mm Höhe. Doch auch hierbei beträgt die Inhomogenität noch 0,3 G/mm, d.h. über die 20 mm lange Probe schwankt das Magnetfeld noch um 3 G bei etwa 3000 G. Hfs-Linien mit kleinerem Abstand voneinander lassen sich bei Verwendung dieses Magneten nicht auflösen. Für genaue Messungen wird der Magnetstrom der Hausbatterie entnommen; die Variation des Stroms erfolgt durch ein Potentiometer im Nebenschluß für kleine Variationsbereiche und durch einen Elektrolyt-Widerstand für größere Bereiche, die beide von einem in Barkhausen-Schaltung langsam laufenden Motor über ein Untersetzungsgetriebe 4000:1 angetrieben werden. Der Magnetstrom wird mit einem Amperemeter der Güteklasse 0,1 gemessen. Das Magnetfeld wurde mit einem ballistischen Galvanometer, mit der Kernresonanz und in einem Punkt über den bekannten g -Faktor von DPPH mit der Elektronenresonanz gemessen.

Das magnetische Wobbfeld wird durch zwei Zusatzspulen erzeugt, die direkt auf den Polschuhen im Abstand von 83 mm voneinander aufgelegt sind. Die Amplitude dieses magnetischen Wobbfeldes wurde aus der Größe der in einer Spule bekannter Windungsfläche induzierten Wechselspannung bestimmt.

Kühlbarer Hohlraumresonator

Zur Messung bei tiefer Temperatur wurde ein zylindrischer Hohlraumresonator mit dem Schwingzustand H_{011} gebaut, der auch bei der Abkühlung noch abstimmbare ist. Die Konstruktion ist aus der Schnitt-

nung Abb. 9 ersichtlich. Die Temperatur der Probe wird indirekt gemessen. In einem Vorversuch wurde der zeitliche Verlauf der Temperaturen eines Thermoelements in der Probe und eines am Deckel des Resonators angebrachten gemessen. Es zeigte sich, daß bei Kühlung mit flüssigem Sauerstoff bis 40 min nach dem ersten Einfüllen des Kühlmittels nur noch Abweichungen der beiden Temperaturen von 1 bis 2° auftraten, so daß für die eigentliche Messung nur noch die Temperatur des Resonatordeckels verfolgt werden braucht.

Das Auspumpen des Resonators vor der Kühlung zur Vermeidung der Eishaut erübrigt sich bei dieser Konstruktion, da hier zuerst der untere Teil des Loches der Probenhalterung mit dem Kühlmittel in Berührung kommt und sich daher an dieser Stelle praktisch der gesamte Wasserdampf im Resonator niederschlägt. Die Proben (Kristalle) wurden auf ein Trolitulplättchen aufgeklebt, damit sie sich in der Mitte des Resonators, am Ort größten magnetischen Wechselfeldes, befinden. Flüssige Proben waren in Glasröhrchen aus Jenaer oder Quarzglas (für UV-Bestrahlung) eingebracht, soweit sie keine großen dielektrischen Verluste zeigten. Wässrige Lösungen wurden in dünnes Röhrchen aus Teflon von 2 mm Innendurchmesser und 20 mm Länge gebracht. Für die Kopplung durch eine solche Probe wurde die optimale Kopplung hergestellt.

Eine mechanische Justiervorrichtung dient zur genauen Ausrichtung der Probe samt Resonator an den Ort mit kleinster Magnetfeld-Inhomogenität.

Mit dieser Apparatur wurden Messungen der Übergangselemente, gelöst in Wasser oder Glycerin, in Abhängigkeit von Temperatur und Konzentration durchgeführt. Abb. 10 zeigt als Beispiel die Registrierkurve (aufgenommen mit einem magnetischen Wobbelung und kleinem Wobbelhub) einer 0,15 molarer Lösung des Kupfersulfat-Anhydrids in Glycerin bei 90° K. Neben der starken Hauptlinie sehen sich die vier Hyperfeinstruktur-Linien des Cu²⁺ ($I=3/2$) deutlich aus dem Rauschen [8].

Zusammenfassung

Es wird ein Spektrometer für paramagnetische Elektronenresonanz beschrieben, das je nach den Meßbedingungen mit Frequenzmodulation des Klystrons oder magnetischer Wobbelung betrieben werden kann. Während die erste Methode und deren Modifikation zur Erhöhung der Nachweisempfindlichkeit hauptsächlich zur Aufnahme breiter Resonanzkurven geeignet ist, kann die zweite Methode besonders gut für schmalere Kurven verwendet werden. Die magnetische Wobbelung mit gegenüber der Linienbreite kleinem Wobbelhub gibt die größte Empfindlichkeit. Aus der Messung der Signalgröße von DPPH wurde die Nachweisempfindlichkeit von 10^{-11} Mol/G Halbwertsbreite bei Zimmertemperatur extrapoliert. Mit diesem Spektrometer wurden Messungen an in Wasser oder Glycerin gelösten Ionen der Eisenreihe bei verschiedenen Temperaturen und an bestrahlten Silberhalogeniden [9], [10] durchgeführt.

Dem leider kurz vor Fertigstellung dieser Arbeit verstorbenen Direktor des Physikalischen Instituts der Technischen Hochschule München, Herrn Professor Dr. GEORG JOOS, danke ich für die großzügige Förderung dieser Arbeit.

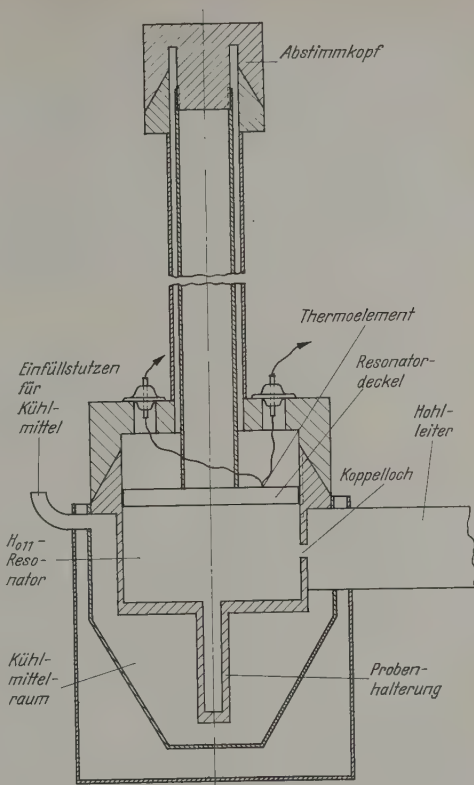


Abb. 9. Schnitt durch den kühlbaren Resonator

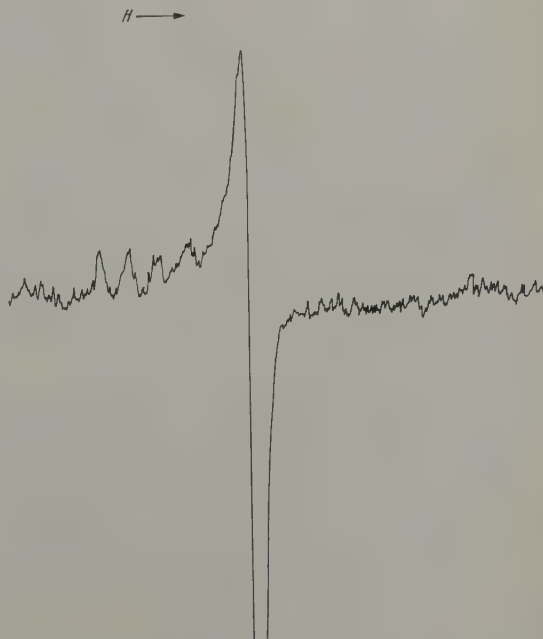


Abb. 10. Registrierkurve von 0,15 mol. Lösung des Kupfersulfat-Anhydrids in Glycerin bei 90° K.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Privatdozent Dr. ERICH LUTZE für die Anregung zu dieser Arbeit und die Vermittlung seiner Erfahrung zur weiteren

Entwicklung der Resonanzapparatur. Auch Herrn Professor Dr. HEINZ EWALD möchte ich für Förderung danken.

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft und dem Deutschen Wissenschaftlichen Komitee der Research Corporation New York danke ich für die Bereitstellung von Mitteln.

Literatur: [1] LUTZE, E.: Z. angew. Phys. 8, 61 (1956). — [2] SLATER, N.: Rev. Mod. Phys. 18, 441 (1946). — [3] LUTZE, E.:

Z. phys. Chem. 8, 33 (1956). — [4] LÖSCHE, A.: Kerninduktion. Berlin: Verl. d. Wissensch. 1957. — [5] LUTZE, E., D. BÖSNECKER: Naturwiss. 45, 332 (1958). — [6] SHUST N.A.: Rev. Sci. Instrum. 22, 254 (1951). — [7] STEIER, V. Z. angew. Phys. 10, 89 (1958). — [8] LUTZE, E., u. D. BÖSNECKER: Z. Naturforsch. 14a, 755 (1959). — [9] BÖSNECKER, D., u. W. WADELICH: Naturwiss. 46, 598 (1959). — [10] BÖSNECKER, D., u. W. WADELICH: Naturwiss. 47, 35 (1960).

Dr. DIETER BÖSNECKER,
Physikalisches Institut der TH Münch

Zur Abhängigkeit des Stromverstärkungsfaktors des Drifttransistors vom Emittorstrom

Von GERHARD SCHWABE

Mit 9 Textabbildungen

(Eingegangen am 23. Februar 1960)

Einleitung und Problemstellung

Die bekannte Erscheinung, daß der Stromverstärkungsfaktor eines Transistors mit wachsendem Emittorstrom abnimmt, wurde von WEBSTER [1] für den Fall des Diffusionstransistors mit homogener Basisdotierung behandelt. Danach ist der Verlauf des Verstärkungsfaktors auf zwei physikalische Vorgänge zurückzuführen, welche sich bei höheren Trägerinjektionen im Basisraume einstellen.

a) Mit wachsendem Emittorstrom erhöht sich in der Basis nicht nur die Konzentration der Minoritätsträger, sondern aus Neutralitätsgründen auch die der Majoritätsträger in gleicher Weise. Dies hat eine Herabsetzung des Emittorwirkungsgrades zur Folge.

b) Bei größerer Trägerdichte bildet sich im Basisraume ein elektrisches Feld aus, welches den Ladungsträgerübergang vom Emittor zum Kollektor unterstützt. Dieses Feld hat eine Verminderung der Minoritätsträgerdichte in der Nähe des Emittors zur Folge und wirkt deshalb vermindern auf die Oberflächenrekombination, welche der Minoritätsträgerdichte im emittornahen Bereich der Basis direkt proportional ist.

In der vorliegenden Arbeit soll untersucht werden, welchen Einfluß ein durch geeignete Dotierungsmaßnahmen in die Basis eingebautes Driftfeld auf den Verlauf des Stromverstärkungsfaktors ausübt. Des weiteren wird kurz auf die Frage eingegangen, in welcher Weise das Driftfeld und die von diesem abhängige Grenzfrequenz eines Transistors sich mit wachsender Emittorstromdichte ändert. Die folgenden Ausführungen beziehen sich auf den $p-n-p$ -Transistor und können auf den $n-p-n$ -Transistor analog übertragen werden. Um das Problem einer leichteren analytischen Behandlung zugänglich zu machen, wird eine eindimensionale Geometrie vorausgesetzt und ein exponentielles Störstellenprofil angenommen.

1. Ausgangsgleichungen

Die Größe des Stromverstärkungsfaktors ist gegeben durch den Verlust an Minoritätsträgern infolge Rekombination an der Oberfläche, Rekombination im Volumen und durch den Anteil des Elektronenstromes am gesamten Emittorstrom, bzw. das Verhältnis von Elektronenstrom zu Löcherstrom. Der reziproke Ver-

stärkungsfaktor in Emitterschaltung setzt sich nach WEBSTER [1] aus der Summe dieser drei Anteile folgt zusammen.

$$\frac{1}{\alpha'} = \frac{\delta I_{SR}}{\delta I_{Ep}} + \frac{\delta I_{VR}}{\delta I_{Ep}} + \frac{\delta I_{Ee}}{\delta I_{Ep}}$$

I_{SR} = an der Oberfläche versickernder Rekombinationsstrom,
 I_{VR} = im Volumen versickernder Rekombinationsstrom,
 I_{Ee} = Elektronenanteil des Emittorstromes,
 I_{Ep} = Löcheranteil des Emittorstromes.

a) Oberflächenrekombination

I_{SR} ist proportional der Minoritätsträgerdichte an der Oberfläche und definitionsgemäß

$$I_{SR} = q s A_s p_E \quad \frac{\delta I_{SR}}{\delta I_{Ep}} = q s A_s \frac{\delta p_E}{\delta I_{Ep}}$$

(s = Oberflächenrekombinationsgeschwindigkeit, q = Elementarladung, A_s ein den Emittor umgebender kleiner Flächenbereich, wo die Oberflächenrekombination bevorzugt stattfindet).

b) Volumenrekombination

$$I_{VR} = I_{Ep} - I_c \quad \frac{\delta I_{VR}}{\delta I_{Ep}} = 1 - \frac{\delta I_c}{\delta I_{Ep}} = 1 - \beta$$

I_c = Kollektorstrom, β = Transportfaktor.

Für einen Drifttransistor mit konstantem Driftfeld (exponentielle Basisdotierung) ist der Transportfaktor in erster Näherung gegeben durch [2]

$$\beta = 1 - \frac{1}{2} \left[\frac{w}{L_p} \right]^2 \frac{2kT}{qEW}$$

w = Basisdicke, L_p = Diffusionslänge der Löcher

Für kleine Emittorströme gilt dann näherungsweise

$$\frac{\delta I_{VR}}{\delta I_{Ep}} = \frac{1}{2} \left(\frac{w}{L_p} \right)^2 \frac{2kT}{qEW}$$

c) Emittorwirkungsgrad

Für das Verhältnis des Elektronen- zum Löcheranteile des Emittorstromes gilt

$$\frac{I_{Ee}}{I_{Ep}} = \frac{q D_n n_p}{L_n} \cdot e^{\left(\frac{qV_e}{kT} \right)} \cdot \frac{1}{j_p}$$

n_p = Gleichgewichtsdichte der Elektronen im Emittor,
 D_n = Diffusionskonstante für Elektronen,
 L_n = Diffusionslänge der Elektronen im Emittor,
 j_p = Emittorstromdichte,
 V_e = Spannung am Emittorübergang.

en Fall des Drifttransistors müssen die in den (2) und (4) auftretenden Größen $\delta p_E / \delta I_{E_p}$ und $\delta p_E / \delta I_{E_p}$ berechnet und der in Gl. (3) auftretende Faktor $2kT/qEW$, welcher den Einfluß des Driftfeldes auf den Transportfaktor beschreibt, muß in dem Maße verändert werden, wie bei höheren Emittterströmen sich das Driftfeld der Basis vorhandene Driftfeld mit wachsender Ladungsträgerkonzentration ändert.

Für die Berechnung von p_E und j_{E_p} stehen folgende Randbedingungen zur Verfügung:

Der Ladungsträgerstrom durch die Basis setzt sich aus einem Diffusions- und einem Feldanteil zusammen. Es gilt bei vernachlässigter Volumenrekombination

$$-n \cdot q \mu_n \text{ grad } V + q D_n \text{ grad } n \text{ für Elektronen, (5)}$$

$$-p q \mu_p \text{ grad } V - q D_p \text{ grad } p \text{ für Löcher (6)}$$

n, p = Elektronen und Löcherdichte in der Basis,
 V = Elektrisches Potential in der Basis,
 D_n, D_p = Beweglichkeiten und Diffusionskonstanten für Elektronen und Löcher.

Für den Basisraum muß die Neutralitätsbedingung erfüllt sein, welche für den Fall verschwindender Dotierendichte lautet

$$n = N_D + p. \quad (7)$$

Berechnung der Ladungsträgerdichte im Basisraum

Da für jeden brauchbaren Transistor $j_n \ll j_p$ sein kann, kann man $j_n = 0$ setzen und unter Beachtung (7) und der Einstein-Beziehung $D_n = \frac{kT}{q} \mu_n$ in Gl. (5) die Feldstärke im Basisraum durch die vorhandene Ladungsträgerdichte bzw. Dotierendichte $N(x)$ ausdrücken

$$\text{grad } V = \frac{kT}{q} \frac{\text{grad}(N+p)}{N+p}. \quad (8)$$

In (6) eingesetzt ergibt eine Differentialgleichung für die Berechnung der Ladungsträgerverteilung im Basisraum

$$j_p \frac{dp}{dx} = \frac{p}{p+N} \text{ grad } N + \left(1 + \frac{p}{p+N}\right) \text{ grad } p. \quad (9)$$

Das Folgende sei ein einfacher exponentieller Verlauf der Donatorendichte in der Basis angenommen.

$$N_D(x) = N_D^{(E)} e^{-ax}; \quad a = \frac{1}{w} \ln \frac{N_D^{(E)}}{N_D^{(C)}} = \frac{1}{w} \ln \eta.$$

$N_D^{(E)}$ und $N_D^{(C)}$ Donatorendichte am kollektorseitigen und emitterseitigen Rande der Basis; $\eta = N_D^{(E)} / N_D^{(C)}$. Gl. (9) läßt sich nur für den Fall sehr großer und sehr kleiner Emittterströme in elementarer Weise lösen.

a) Sehr kleine Emittterströme $p \ll N$

Dann nimmt (9), folgende einfache Gestalt an

$$-j_p \frac{dp}{dx} = -\frac{\ln \eta}{w} p + \frac{dp}{dx}.$$

Die Randbedingung für $x=w$ und $x=0$ setzen wir

$$p(0) = p_n \cdot e^{V_E/kT} = p_E \quad \text{und} \quad p(w) = 0.$$

Für $p(w)=0$ ist auf Grund der hohen negativen Vorzeichen am Kollektor angezeigt. Die mit den Rand-

bedingungen verträgliche Lösung lautet

$$\left. \begin{aligned} p(x) &= \frac{j_p \cdot w}{D_p \cdot q} \frac{1}{\ln \eta} \left[1 - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{\left(1 - \frac{x}{w} \right)} \right] \\ p_E &= p(0) = \frac{j_p w}{q D_p} \frac{1}{\ln \eta} \left(1 - \frac{1}{\eta} \right) \approx \frac{j_p w}{D_p q} \frac{1}{\ln \eta} \end{aligned} \right\} \quad (10)$$

für $\eta \gg 1$.

Für einen Transistor mit homogener Basis ergibt sich aus (9) bei den gleichen Randbedingungen die bekannte Beziehung

$$p(x) = \frac{j_p w}{q D_p} \left(1 - \frac{x}{w} \right).$$

b) Sehr große Emittterströme $p \gg N$

Aus (9) ergibt sich die Differentialgleichung

$$-\frac{j_p}{q D_p} = -\frac{\ln \eta}{w} N + 2 \frac{dp}{dx}.$$

Eine zu den angegebenen Randbedingungen passende Lösung ist

$$p(x) = \frac{j_p w}{q \cdot 2 D_p} \left(1 - \frac{x}{w} \right) + \frac{N_D^{(E)}}{2} \left[\frac{1}{\eta} - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{\frac{x}{w}} \right],$$

da $p \gg N_D^{(E)}$ und $\eta \gg 1$ gilt angenähert

$$p(x) \approx \frac{j_p w}{2 q D_p} \left(1 - \frac{x}{w} \right); \quad p_E = p(0) = \frac{1}{2} \frac{j_p w}{q D_p}. \quad (11)$$

Vergleichen wir die Beziehungen (10) und (11) mit den entsprechenden, welche für den Transistor mit homogener Basisdotierung Gültigkeit haben, so stellen wir folgendes fest:

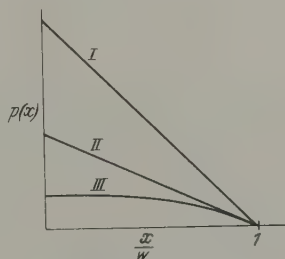


Abb. 1. Verlauf der Ladungsträgerkonzentration in der Basis (schematisch). I Drift- und Diffusionstransistor bei sehr großen Emittterströmen; II Diffusionstransistor bei kleinen Strömen; III Drifttransistor bei kleinen Strömen

Für sehr hohe Stromdichten ($p \gg N$) stimmen $p(x)$ und p_E in beiden Fällen überein. Das dotierungsbedingte Driftfeld ist völlig von dem durch die in großer Anzahl injizierten Ladungsträger gegebenen Felde überdeckt. Im Falle kleiner Stromdichten ist beim Drifttransistor bezogen auf gleichen Emittterstrom die Randdichte p_E um den Faktor $1/\ln \eta$ kleiner als beim Diffusionstransistor, und der Verlauf von $p(x)$ in der Basis ist nicht mehr linear. Es ergibt sich schematisch folgendes Bild (Abb. 1).

c) Lösung für beliebiges p

Hierbei empfiehlt es sich $p(x)/N(x) = y$ als neue Variable in Gl. (9) einzuführen. Für dp/dx hat man dann zu setzen

$$\frac{dp}{dx} = N \frac{dy}{dx} + y \frac{dN}{dx}.$$

Nach einigen elementaren Umrechnungen ergibt sich für y aus (9) die Differentialgleichung

$$\left. \begin{aligned} \frac{dy}{dx} &= \left[2ay - \frac{\bar{J} e^{ax}}{w} \right] \left[\frac{1+y}{1+2y} \right]; & a &= \frac{\ln \eta}{w}; \\ \bar{J} &= \frac{j_p w}{q D_p N_D^{(E)}}, & y &= \frac{p(x)}{N(x)}, \end{aligned} \right\} \quad (12)$$

wobei \bar{J} als normierte Stromdichte eingeführt wurde.

Diese nicht lineare Differentialgleichung ist nicht in geschlossener Form lösbar. Eine grob genäherte Lösung dieser Gleichung, welche wenigstens für sehr große und sehr kleine Emittorströme mit den exakten Lösungen (10) und (11) übereinstimmt, kann man finden, wenn man bedenkt, daß der von y abhängige Quotient in der eckigen Klammer auch innerhalb

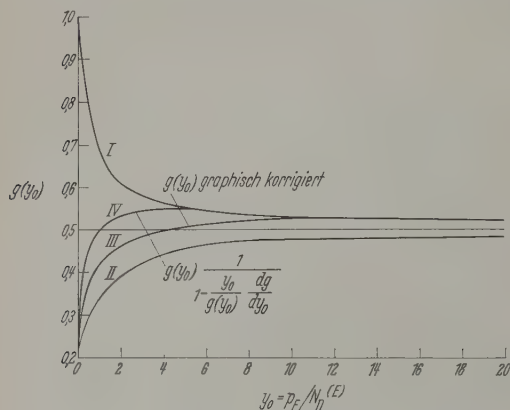


Abb. 2. $g(y_0)$ I für homogene Basis (WEBSTER); II für Driftprofil (Näherung); III für Driftprofil graphisch korrigiert; IV $g(y_0)f(y_0)$

einer Integration nur Werte zwischen 1 und $\frac{1}{2}$ annehmen kann. Wir fassen daher $(1+y)/(1+2y)$ in erster Näherung als eine Konstante A auf, von der wir wissen, daß sie innerhalb des Integrationsgebietes zwischen $x=0$ und $x=w$ um so weniger von einem nahe bei $\frac{1}{2}$ bzw. nahe bei 1 gelegenen Werte abweicht, je größer bzw. kleiner der Emittorstrom ist. Die Lösung der Gleichung

$$\frac{dy}{dx} = \left[2ay - \frac{\bar{J}}{w} e^{ax} \right] A$$

mit den Randbedingungen

$$y = 0 \quad \text{für } x = w$$

$$y = y_0 = \frac{p_E}{N_D^{(E)}} = \frac{p_n}{N_D^{(E)}} e^{qV_E/kT} \quad \text{für } x = 0$$

ist

$$y = \bar{J} \frac{1}{\ln \eta} \frac{A}{2A-1} e^{\frac{\ln \eta}{w} x} \left\{ 1 - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{(2A-1) \left[1 - \frac{x}{w} \right]} \right\}, \quad (13a)$$

$$y_0 = \frac{p_E}{N_D^{(E)}} = \bar{J} \frac{1}{\ln \eta} \frac{A_0}{2A_0-1} \left\{ 1 - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{(2A_0-1)} \right\}, \quad (13b)$$

wobei

$$A_0 = \frac{1+y_0}{1+2y_0};$$

da $y_0 = p_E/N_D^{(E)}$ ist, können wir auch schreiben

$$p_E = \frac{j_p w}{q D_p} \cdot g(y_0), \quad (14)$$

$$g(y_0) = \frac{1}{\ln \eta} \frac{1}{(y_0+1)} \left[1 - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{\frac{1}{2y_0+1}} \right], \quad (15)$$

wobei

$$\frac{1}{\ln \eta} < g(y_0) < \frac{1}{2}.$$

Das Ergebnis (13a) und (13b) stimmt für sehr große und sehr kleine Emittorströme mit den exakten Ergebnissen (10) und (11) überein.

Für sehr kleine Emittorströme gilt $A \rightarrow 1$. Man sieht unmittelbar, daß (13a) und (13b) mit 10 identisch wird. Für sehr große Emittorströme gilt $A \rightarrow \frac{1}{2}$. In diesem Falle kann man schreiben

$$y = \bar{J} \cdot \frac{1}{\ln \eta} \cdot \frac{1}{2} e^{\frac{\ln \eta}{w} x} \frac{1}{\xi} \left(1 - \left(\frac{1}{\eta} \right)^{\xi \left(1 - \frac{x}{w} \right)} \right).$$

Für $\xi \rightarrow 0$ kann man die Exponentialfunktion in der Reihe nach ξ entwickeln und nach dem 2-Gliede abbrechen.

$$\left(\frac{1}{\eta} \right)^{\xi \left(1 - \frac{x}{w} \right)} = 1 + \xi \left(1 - \frac{x}{w} \right) \ln \frac{1}{\eta}$$

und es ergibt sich

$$y = \frac{\bar{J}}{2} e^{\frac{\ln \eta}{w} x} \left(1 - \frac{x}{w} \right),$$

was mit (11) identisch ist.

Mit den gleichen Grenzübergängen ergibt sich, daß $g(y_0)$ nur Werte zwischen $1/\ln \eta$ und $\frac{1}{2}$ annehmen kann.

Die Abhängigkeit des $g(y_0)$ von y_0 gemäß Gl. (15) ist in Abb. 2 durch Kurve II für den Fall $\eta = 10$ angegeben.

3. Stromverstärkungsfaktor

Zur Berechnung von α' stehen jetzt die Gln. (1), (4) und (14) und (15) zur Verfügung. Dabei muß beachtet werden, daß der Zusammenhang zwischen y und j_p nur für sehr kleine und sehr große Emittorströme durch (14) und (15) exakt beschrieben wird, während sich für mittlere Ströme größere Abweichungen auf Grund des Näherungscharakters von (13) ergeben. Die Größe dieses Fehlers soll später gesondert betrachtet werden.

a) Anteil der Oberflächenrekombination

Aus (14) ergibt sich

$$\left. \begin{aligned} \frac{\partial p_E}{\partial I_{Ep}} &= \frac{w}{A q D_p} \left\{ g(y_0) + \frac{I_{Ep}}{N_D^{(E)}} \frac{dg(y_0)}{dy_0} \frac{\partial p_E}{\partial I_{Ep}} \right\}; \\ I_{Ep} &= j_p A; \end{aligned} \right\} \quad (16)$$

rechnet man aus dieser Gleichung $\delta p_E / \delta I_{Ep}$ aus und setzt man für I_{Ep} den aus (14) folgenden Wert ein, so erhält man zusammen mit (2)

$$\frac{\partial I_{SR}}{\partial I_{Ep}} = \frac{s A_s w}{A D_p} g(y_0) \left\{ \frac{1}{1 - \frac{p_E}{N_D^{(E)}} \frac{d \ln g(y_0)}{dy_0}} \right\}.$$

b) Anteil der Volumenrekombination

Die in Gl. (3) auftretende Feldstärke E läßt sich wie folgt durch den Dotierungsverlauf in der Basis ausdrücken.

$$E = - \frac{kT}{q} \frac{1}{N(x)} \frac{dN}{dx} = \frac{kT}{q} \alpha = \frac{kT}{q} \frac{1}{w} \ln \eta;$$

man dies in (3) ein, so erhält man

$$\frac{\delta I_{VR}}{\delta I_{Ep}} = \left(\frac{w}{L_p}\right)^2 \frac{1}{\ln \eta}. \quad (17)$$

ilt nur für eine Basisdotierung mit exponentiel-
erlauf, d.h. in unserem Falle nur für sehr kleine
e, wo $p \ll N(x)$. Mit wachsender Stromdichte
ich der Faktor $1/\ln \eta$ auf einen Wert vergrößern,
er durch das infolge der erhöhten Ladungs-
dichte in der Basis sich aufbauende elektrische
gegeben ist. Dieses Feld ist über die Basis nicht
konstant und kann für den Grenzfall sehr großer
e leicht aus Gl. (11) und (8) errechnet werden.
indet:

$$E(x) = \frac{kT}{q} \cdot \frac{1}{w} \left\{ \frac{1}{1 - \frac{x}{w} + \frac{N_D}{p_E}} \right\} \quad (18)$$

p_E = Löcherdichte für $x=0$ am Emittor.

ummand N_D/p_E wird erst in nahe dem Kollektor
enen Bereichen wesentlich, da bei hohen Strömen
 N_D ist.

Abb. 3 ist nach Gl. (18) der Feldverlauf auf-
chnet, und mit den konstanten Feldstärken einer
entiellen Basisdotierung mit $\eta=100$ und $\eta=1000$
chen. Man erkennt, daß im weitaus größten
des Basisgebietes die Feldstärke bei hohen
stärken wesentlich kleiner ist, als die dotie-
bedingte bei kleinen Strömen. Daraus folgt, daß
faktor $1/\ln \eta$ mit wachsendem Strome zunehmen
da auf Grund der geringeren Feldstärke die
ngsträger jetzt länger in der „Gefahrenzone“,
re rekombinieren können, verweilen. Andererseits
her, daß dieser Faktor immer unter dem Werte $\frac{1}{2}$
t, welcher bei kleinen Emittorströmen für den
istor mit homogener Basisdotierung gilt, wo
aupt kein beschleunigendes Feld vorhanden ist.
können also allgemein schreiben

$$\frac{I_{VR}}{I_{Ep}} = \left[\frac{w}{L_p}\right]^2 f(I_{Ep}); \quad \frac{1}{\ln \eta} < f(I_{Ep}) < \frac{1}{2}. \quad (19)$$

ndererseits der Anteil der Volumenrekombination
elen praktischen Fällen (speziell bei HF-Typen)
über der Oberflächenrekombination nur wenig
Gewicht fällt, kann man, ohne einen merklichen
er zu machen $f(I_{Ep}) = g(y_0)$ setzen, da diese Funk-
die Bedingung (19) erfüllt.

c) Anteil des Emittorwirkungsgrades

Den aus Gl. (14) sich ergebenden Wert für j_p kann
unter Beachtung der Randbedingung am Emittor

$$p_E = p_n^{(E)} e^{qV_E/kT}$$

l. (4) einsetzen und man erhält

$$\frac{I_{Ee}}{I_{Ep}} = \frac{D_n n_p}{D_p p_n^{(E)}} \frac{w}{L_n} \cdot g(y_0)$$

mit

$p_p = p_n^{(E)} \cdot n_n^{(E)} = n_i^2$ und $p_p = N_A$ und $n_n^{(E)} = N_D^{(E)}$
und N_D die Akzeptoren bzw. Donatorendichte in
ttor und Basis)

$$\frac{I_{Ee}}{I_{Ep}} = \frac{\sigma_n^{(E)} \cdot w}{\sigma_p L_n} g(y_0) (1 + y_0) \quad (20)$$

wobei die Erhöhung der Basisleitfähigkeit mit wach-
sendem Emittorstrom durch Multiplikation mit dem
Faktor $(1 + y_0)$ berücksichtigt wird.

Für I_{Ep} und $\delta p_E/\delta I_{Ep}$ sind die aus Gl. (14) und (16a)
folgenden Ausdrücke einzusetzen und man erhält:

$$\frac{\partial I_{Ee}}{\partial I_{Ep}} = \frac{\sigma_n^{(E)} \cdot w}{\sigma_p \cdot L_n} g(y_0) \left\{ \frac{1}{1 - \frac{p_E}{N_D} \frac{d \ln g(y_0)}{d y_0}} \right\} (1 + 2 y_0). \quad (21)$$

Da die Diffusionslänge der Löcher im Basisraum mit
größer werdendem σ_n abnimmt, soll dies in erster
Näherung ähnlich wie bei WEBSTER [1] durch Multi-
plikation des Volumengliedes mit dem Faktor $(1 + 2 y_0)$
berücksichtigt werden.

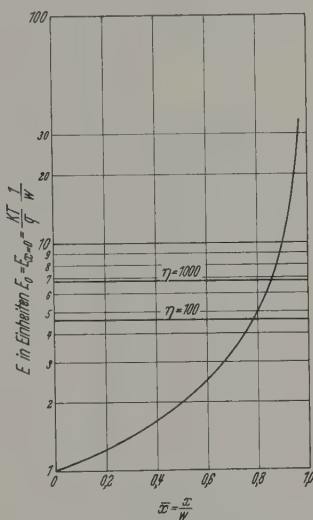


Abb. 3. Feldverlauf in der Basis für sehr große Emittorströme und konstante
Feldstärke bei kleinen Emittorströmen für $\eta=100$ und $\eta=1000$

Faßt man die Ausdrücke (16), (19), (21) mit (1)
zusammen, so erhält man schließlich für α' folgende
Beziehung:

$$\frac{1}{\alpha'} = G(y_0) \frac{sw A_s}{D_p A} + \left[g(y_0) \left(\frac{w}{L_p} \right)^2 + \right. \quad (22)$$

$$\left. + \frac{\sigma_n^{(E)} w}{\sigma_p L_n} G(y_0) \right] (1 + 2 y_0),$$

$$G(y_0) = g(y_0) \frac{1}{1 - y_0 \frac{d \ln g}{d y_0}}, \quad (23)$$

$$y_0 = \bar{J}_p g(y_0); \quad \bar{J}_p = \frac{j_p w}{q D_p N_D^{(E)}}. \quad (24)$$

Der Verlauf der Funktionen $g(y_0)$ und $G(y_0)$ ist in
Abb. 2 dargestellt.

4. Verbesserung von $g(y_0)$ durch graphische Approximation

Die Gln. (22) bis (24) gelten nur für sehr kleine
und sehr große Ströme mit hinreichender Genauigkeit.
Im Bereich mittlerer Ströme müssen größere Abwei-
chungen in Betracht gezogen werden. Um die Ge-
nauigkeit der Beziehung (15) für diesen Bereich
zu verbessern, soll ausgehend von dem Randwert $p=0$

für $x=w$ mit Hilfe einer graphischen Integration der Differentialgleichung (9) für verschiedene Stromstärken der Randwert y_0 für $x=0$ direkt bestimmt werden. Mit den auf diese Weise gefundenen Werten y_0 läßt

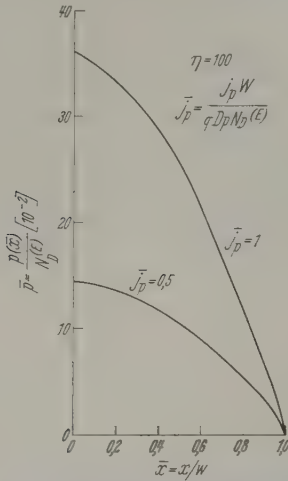


Abb. 4. Verlauf der normierten Ladungsträgerkonzentration in der Basis für $\eta = 100$ und $j_p = 0,5$ sowie $j_p = 1$

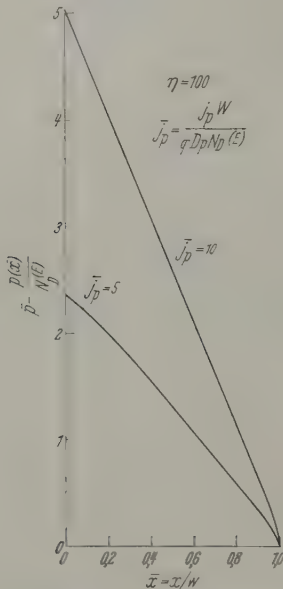


Abb. 5. Verlauf der normierten Ladungsträgerkonzentration in der Basis für $\eta = 100$ und $j_p = 5$ sowie $j_p = 10$

sich dann aus Gl. (24) ein verbesserter Wert für $g(y_0)$ ermitteln. Durch Einführung folgender normierter Größen

$$\bar{p} = \frac{p}{N_D^{(E)}}; \quad \bar{N}(x) = \frac{N(x)}{N_D^{(E)}}; \quad \bar{j}_p = \frac{j_p w}{q D_p N_D^{(E)}}; \quad \bar{x} = \frac{x}{w}$$

wird die Differentialgleichung (9) auf die Normalform gebracht.

$$\frac{d\bar{p}}{d\bar{x}} = \frac{-\bar{j}_p(\bar{p} + e^{-\ln \eta \bar{x}}) + \bar{p} \ln \eta e^{-\ln \eta \bar{x}}}{2\bar{p} + e^{-\ln \eta \bar{x}}}$$

Die Abb. 4 und 5 zeigen den Verlauf von \bar{p} für die normierten Ströme $\bar{j}_p = 0,5, 1, 5$ und 10 . Man erkennt, daß sich mit wachsendem Emittierstrom $p(x)$ immer mehr dem durch Gl. (11) gegebenen linearen Verlauf annähert. Die zugehörigen Werte $\bar{p}_{\bar{x}=0} = y_0$ und $g(y_0)$ sind in nachfolgender Tabelle angegeben und die Kurve III in Abb. 2 zeigt den damit korrigierten Verlauf von $g(y_0)$. Sämtliche Angaben beziehen sich auf $\eta = 100$.

Man erkennt aus Abb. 2, daß sich der Verlauf von $g(y_0)$ nicht mehr asymptotisch von kleineren Werten her der Geraden $g(y_0) = 0,5$ nähert, sondern zunächst sich der für den Diffusionstransistor gültigen Kurve $g(y_0)$ anschmiegt und nur bei dieser gemeinsam für große Werte von y_0 $\frac{1}{2}$ anstrebt.

\bar{j}_p	y_0	$g(y_0)$
0,5	0,14	0,2
1	0,36	0,3
5	2,36	0,4
10	5,02	0,5

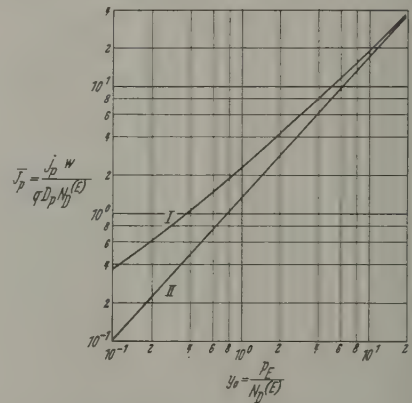


Abb. 6. Ladungsträgerdichte am emitterseitigen Rand der Basis Funktion des Emittierstromes. I Drifttransistor $\eta = 100$; II Diffusionstransistor

Zur Berechnung praktischer Fälle wurden in Hilfe der aus Abb. 2 entnommenen verbesserten Werte von $g(y_0)$ und den zugehörigen y_0 aus Gl. (24) die den y_0 -Werten zugeordneten normierten Ströme berechnet. Das Ergebnis ist in Abb. 6 Kurve I dargestellt. Zum Vergleich ist die Abhängigkeit des y_0 von \bar{j}_p für den Diffusionstransistor mit homogener Basis angegeben (Kurve II). Wie sich zeigt, ist bei gleichen Emittierströmen die Löcherdichte p_E am emitterseitigen Rand der Basis bei diesem größer als im Falle des Diffusionstransistors. Bei größeren Stromstärken gehen die beiden Kurven ineinander über, wie es durch Gl. (11) beschrieben wird.

Diskussion des Ergebnisses

Vergleicht man die Beziehung (22) mit der entsprechenden von WEBSTER [1] für den Transistor mit homogener Basis, so stellt man folgendes fest:

a) Für sehr große Stromstärken gehen beide Kurven ineinander über, da $G(y_0)$ dann den Wert $\frac{1}{2}$ annimmt.

b) Für kleine Emittierströme hat das im Diffusionstransistor eingebaute Driftfeld eine starke Verminderung der Löcherdichte p_E am emitterseitigen Rand der Basis und damit eine Verminderung der Oberflächenrekombination gegenüber der des Diffusionstransistors zur Folge. (Faktor $1/\ln \eta$). Der Einfluß des Driftfeldes wird mit wachsender Trägerinjektion entsprechend dem Verlauf der Funktion $G(y_0)$ (Kurve I)

abgeschwächt bis im Grenzfall sehr hoher Stromdichte das dotierungsbedingte Driftprofil völlig von der Ladungsträgerverteilung in der Basis und dem mit verbundenen Felde überdeckt ist (Faktor $\frac{1}{2}$). Diffusions- und Drifttransistor mit homogener Basisdotierung nähert sich die Korrekturfunktion $g(y_0)$ Werte 1 (für kleine Stromdichten) mit wachsender Stromdichte dem Werte $\frac{1}{2}$ gemäß Kurve I, Abb. 2, wie sie von WEBSTER angegeben wurde. — Während beim Diffusions- und Drifttransistor die Oberflächenrekombination mit wachsender Stromdichte nur abnehmen kann, nimmt sie beim Drifttransistor im wesentlichen zu, bleibt aber kleiner oder höchstens gleich der des Diffusions- und Drifttransistors bei sonst gleicher Geometrie. Aus diesem Grunde kann das im Falle des Diffusions- und Drifttransistors stark überwiegender Oberflächenrekombination sich eindeutiges Maximum des Stromverstärkungsfaktors beim Drifttransistor nicht auftreten¹.

Die Herabsetzung des Emittorstromwirkungsgrades durch die mit dem Driftprofil im allgemeinen verbundenen höheren Basisdotierung am Emittorrande tritt nicht im Verhältnis der Dotierungsdichten, sondern ist um den stromabhängigen Faktor $G(y_0)$ vergrößert. Dies kann im Falle stark überwiegender Oberflächenrekombination zusammen mit der Verminderung der Oberflächenrekombination trotz höherer Basisdotierung beim Drifttransistor sogar eine Erhöhung des Stromverstärkungsfaktors mit sich bringen (Kurve II, Abb. 8).

Gleichartiges Verhalten im α' -Abfall tritt bei hohen Stromdichten ein, wo die beiden Funktionen $G(y_0)$ und $g(y_0)$ für Drift- bzw. Diffusions- und Drifttransistor eng miteinander verknüpft sind, kann man annehmen, daß auch die Wirkung eines eingepreßten Oberflächenfeldes auf die Erhöhung der Grenzfrequenz bei hohen Stromdichten so weit abgeklungen ist, daß der Drifttransistor wenigstens hinsichtlich der Frequenzeigenschaften keinen Vorteil mehr gegenüber dem Diffusions- und Drifttransistor hat. Um eine Vergleichsmöglichkeit bezüglich meßbarer Größen zu haben, ist es zweckmäßig die Funktionen $g(y_0)$ in beiden Fällen den normierten Emittorstrom \bar{J}_p zu beziehen, da die Werte von y_0 im Falle des Drifttransistors erst bei größeren Strömen angenommen werden als im Falle des Diffusions- und Drifttransistors. Zur Umrechnung des für den Drifttransistor die Beziehung (24) anwendet, für den Diffusions- und Drifttransistor die von WEBSTER angegebene Gleichung

$$2y_0 - \ln(1 + y_0) = \bar{J}_p.$$

man aus Abb. 7 erkennt, dürfte bei dem angenommenen Oberflächenverhältnis $\eta = 100$ das dotierungsbedingte Driftfeld bei \bar{J}_p -Werten von etwa 4 schon zum größten Teile unwirksam sein. Diese Annahme wird bei um so kleineren Stromdichten bestätigt, je größer die Basisdicke w und je kleiner die Oberflächenrekombination $N_D^{(E)}$ ist. Für $w = 10 \mu$ und $N_D^{(E)} = 10^{16}$

Im Bereich kleiner Ströme beschränkt sich die Gültigkeit Gl. (22) zunächst nur auf Germanium. Im Falle des Siliziums muß man eine mit wachsendem Emittorstrome abnehmende Oberflächenrekombination in Betracht ziehen. Dieses Problem [3] wird beim Silizium für das Anwachsen des Stromverstärkungsfaktors mit zunehmendem Emittorstrome ebenfalls wichtig gemacht. Die Wirkungsweise der bekannten nicht-Schaltknoten ist auf das engste mit diesem Effekt verknüpft [3].

ergäbe sich eine Stromdichte von 210 bis 280 Amp/cm². Aber auch schon bei kleineren Stromdichten dürfte die Grenzfrequenz erheblich abgesunken sein. Ausgesprochene HF-Typen mit kleiner Basisdicke und hoher emitterseitiger Basisdotierung lassen also eine

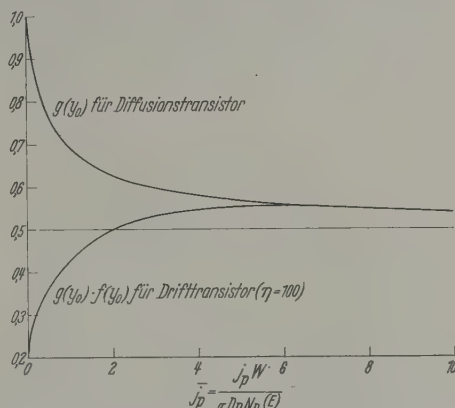


Abb. 7. $g(y_0)$ und $G(y_0) = g(y_0) \cdot f(y_0)$ als Funktion der Emittorstromdichte für Diffusions- und Drifttransistor

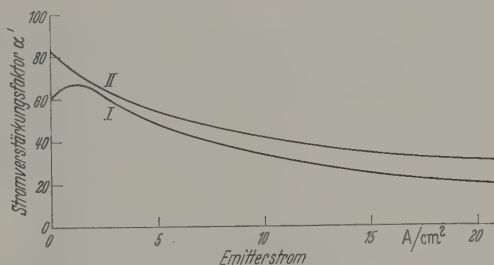


Abb. 8. α' als Funktion der Emittorstromdichte. I Das von WEBSTER angeführte Beispiel: $w = 4,8 \cdot 10^{-3}$ cm, $A = 1,1 \cdot 10^{-3}$ cm², $\sigma_n = 0,45$; $N_D = 7,8 \cdot 10^{14}$; $L_p = 0,14$ cm; $\sigma_p L_n = 0,77 \Omega^{-1}$; $A_s = 4,2 \cdot 10^{-4}$ cm²; $D_p = 44$; $S = 350$ cm/sec. II Drifttransistor: Werte wie unter I, lediglich $N_D^{(E)} = 10^{16}$ und $\eta = 100$

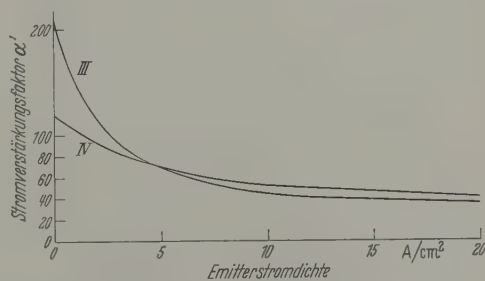


Abb. 9. III Diffusions- und Drifttransistor mit größerer Emittorrfläche: Daten wie in 8, I, lediglich $A = 0,198$ cm²; $A_s = 7,5 \cdot 10^{-3}$ cm². IV Drifttransistor: Daten wie in 9, III, lediglich $N_D^{(E)} = 10^{16}$; $\eta = 100$

höhere Stromdichte zu, wenn man eine bestimmte durch das Driftfeld bedingte Grenzfrequenz nicht zu sehr herabsetzen will.

Zur Veranschaulichung des theoretisch sich ergebenden α' -Abfalles sind in den Abb. 8—9 verschiedene Diffusions- und Drifttransistoren mit den in den Bildbeschriftungen angeführten Konstruktionsdaten gegenübergestellt. Bei allen Drifttypen wurde ein Dotierungsverhältnis von $\eta = 100$ angenommen. Diese Annahme muß keinen ungewöhnlichen Fall darstellen, da man bei Anwendung etwa der Legierungstechnik

zum Anbringen des Emittorüberganges in ein vor-diffundiertes Halbleiterplättchen mit einer größeren Eindringtiefe der Emittorpille rechnen muß, welche bei dem steilen exponentiellen Abfall der Basisdotierung das η erheblich reduziert. Zur Berechnung der A_s -Werte wurde die von WEBSTER [1] gemachte Annahme beibehalten, daß sich die Oberflächenrekombination in einem kleinen Bereiche um den Emittor auswirkt, welcher durch die Größe der Basisdicke abgegrenzt wird.

Zusammenfassung

Ein Transistor mit dotierungsbedingtem Driftfeld in der Basis verhält sich hinsichtlich des α' -Abfalles nur für sehr große Emittorstromdichten wie ein Diffusionstransistor bei sonst gleicher Geometrie. Das andersartige Verhalten beider Transistortypen bei kleineren und mittleren Emittorstromdichten wird durch die Funktion $g(y_0)$ beschrieben, welche sich besonders auf die Größe der Oberflächenrekombination und den Emittorwirkungsgrad auswirkt. Beim Drifttransistor nimmt $g(y_0)$ ausgehend von einem durch den Störstellengradienten in der Basis gegebenen Werte $1/\ln \eta$ mit wachsendem Emittorstrom im wesent-

lichen zu, während $g(y_0)$ für den Diffusionstransistor ausgehend von dem Werte 1 mit wachsendem Emittorstrom abnimmt, bei sehr großen Emittorströmen gehen beide Funktionen ineinander über. Aus Tatsache, daß $g(y_0)$ im wesentlichen durch den mit Trägerinjektion sich ändernden Feldverlauf in Basis bestimmt ist, kann man schließen, daß Wirkung eines dotierungsbedingten Driftfeldes die Erhöhung der Frequenzgrenze bei den Stördichten aufhört, wo die Funktionen $g(y_0)$ für beide Transistortypen ineinander übergehen. Wie sich zu ist die auf diese Weise angebbare kritische Stromdichte um so kleiner, je größer die Basisdicke und je geringer die Basisdotierung ist. Der α' -Abfall, welcher durch den Faktor $1 + y_0$ beschrieben wird, ist beim Diffusionstransistor weniger steil, da die normierte Trägerdichte y_0 durch die Wirkung des Driftfeldes bei gleichen Strömen kleinere Werte annimmt als bei einem Diffusionstransistor.

Literatur: [1] WEBSTER: Proc. Inst. Radio Engrs. 914 (1954). — [2] KRÖMER: Arch. elektr. Übertragung 223 (1954). — [3] MOLL: Proc. Inst. Radio Engrs. 44, (1956).

Dr. GERHARD SCHWABE,
Halbleiterlaboratorium TeKaDe Nürnberg

Der Einfluß der Periodizität der Impulse in der Korona-Entladung auf das hochfrequente Spektrum*

VON WERNER HEINTZ

Mit 3 Textabbildungen

(Eingegangen am 25. Januar 1960)

Einleitung

Die von Spitzen und Unebenheiten makroskopisch glatter Flächen ausgehende elektrische Korona-Entladung macht sich, soweit sie impulsartigen Charakter besitzt, in benachbarten Geräten der Nachrichtenübertragung störend bemerkbar. Zur näheren Untersuchung des zeitlichen Verlaufes und damit des hochfrequenten Spektrums solcher Impulse wurde die Verwendung eines Störspannungselementes, bestehend aus einer mit Gleichspannung gespeisten Anordnung aus Spitze und Platte vorgeschlagen [1]. Ist insbesondere die Spitze negativ geladen, dann treten sog. *Trichel*-Impulse in sehr regelmäßiger Folge auf, deren hochfrequentes Spektrum sich durch Messung des Effektivwertes mit Hilfe eines Störspannungs-Meßgerätes (Hochfrequenz-Spektrometer) aufnehmen läßt.

Der Zusammenhang zwischen der Impulsform und dem Verlauf des Spektrums läßt sich mit Hilfe von Fourier-Transformationen angeben. Die Beziehung zwischen beiden kann jedoch nur dann unmittelbar erfaßt werden, wenn die aufeinander folgenden Impulse als voneinander völlig unabhängig angesehen werden können. In diesem Fall ist das Spektrum kontinuierlich. Folgen die Impulse einander in strenger Periode, so tritt an die Stelle des kontinuierlichen Spektrums ein Gitterspektrum, dessen Werte als n -te Oberschwingungen der Pulsperiode angetroffen werden. Bei den hier beschriebenen Untersuchungen wird sich zeigen, daß die Pulsperiode der *Trichel*-Impulse eine

Häufigkeitsverteilung um einen Festwert besitzt, demzufolge das Spektrum aus einem kontinuierlichen Spektrum und einem Gitterspektrum zusammengesetzt ist. Die Schwankungen der Pulsperiode führen zu Überlegungen, die auch auf dem Gebiet der Nachrichtenübertragung mittels Impulse — insbesondere der Pulse-Position-Modulation (PPM) — auftreten, so daß die dort gewonnenen Ergebnisse hier unmittelbar verwendet werden können [2].

I. Versuchsaufbau und Meßergebnisse

Um den Einfluß der nicht völlig konstanten Pulsperiode der *Trichel*-Impulse auf die Form des hochfrequenten Spektrums zu untersuchen, wird eine in Abb. 1, [1], ähnliche Anordnung verwendet; jedoch ist die Platte durch eine zweite Spitze ersetzt (Abb. 2). Die zwischen zwei Spitzen erzeugten *Trichel*-Impulse sind über längere Zeit konstant als die zwischen Spitze und Platte auftretenden. Die Ursache hierfür wird der andersartigen Feldverteilung zu suchen sein. Ausmessung des Spektrums erfolgt mit dem in erwähnten HF-Spektrometer mit dem Innenwiderstand $R_i = 150 \Omega$.

Die gleichzeitige Beobachtung der Impulse und die Ermittlung der durchschnittlichen Pulsfrequenz über den aus der Kapazität C und den Widerstand gebildeten Hilfszweig ist unerlässlich. Hierbei kommt beim öfteren Anlegen derselben Gleichspannung verschiedene Pulsfrequenzen auftreten, was als „Controlling“ bezeichnet wird [3], [4]. Die Pulsfrequenz steigt zunächst mit wachsender Gleichspannung stetig

* Mitteilung aus der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.

wobei die Impulshöhe konstant bleibt. Bei hohen Pulsfrequenzen springt sie jedoch bisweilen auf andere Werte über, wobei sich auch die Impulshöhe ändert. Ursache für diese Erscheinung ist in der Veränderung der Austrittsarbeit der Kathode zu suchen [3]. Die Aufnahme der unten beschriebenen Meßergebnisse setzt voraus, daß während der Messungen ein „Conditioning“ eingetreten ist. Abb. 2 zeigt ein Beispiel, auf welche Weise sich die Beziehung zwischen Gleichspannung und Pulsfrequenz bei der vorliegenden Anordnung ändern kann, wenn die Erscheinung des „Conditioning“ auftritt; vgl. auch [4]. Mit Hilfe des Elektronenstrahl-Oszillographen läßt sich ein erster Einblick in die Häufigkeitsverteilung der Pulsperiode gewinnen. Stellt man die Kippfrequenz des Oszillographen auf den Mittelwert der Pulsfrequenz ein, so beobachtet man statt eines bei konstanter Pulsperiode stets an der gleichen Stelle gezeichneten Impulses, daß die einander folgenden Impulse um den eingestellten Mittelwert schwanken. Für die Verteilung der Impulse um den Mittelwert wird eine Gaußsche Verteilung annehmen dürfen. Die Ursache der Schwankungen hat man in dem Auslösevorgang des Impulses zu suchen. Ein Impuls kann erst seinem Vorgänger folgen, wenn das elektrische Feld zwischen den Spitzen von Ionen gesäubert ist und die letzten auf die negative Spitze auftretenden positiven Ionen durch Befreiung von Sekundärelektronen den neuen Impuls einleiten. Dieser Vorgang erfolgt nicht in genau periodischen Zeitabständen.

Die Abb. 3a und b zeigen die bei zwei verschiedenen Pulsperioden aufgenommenen hochfrequenten Spektren in einem Bereich von 0,145 bis 1,0 MHz. Als Charakteristikum ist die Überlagerung eines kontinuierlichen Spektrums mit einem Gitterspektrum, dessen spitzenförmiger Verlauf durch die Pulsfrequenz und die Resonanzkurve des HF-Spektrometers bestimmt ist. Jenseits von 1 MHz, bei niedriger Pulsfrequenz schon früher, bleibt nur das kontinuierliche Spektrum übrig. Über das Spektrum wird im nächsten Abschnitt Näheres ausgesagt.

II. Der Verlauf des Spektrums

Die Pulsperiode T_p schwankte um einen Mittelwert mit den Abweichungen δ_n , so daß sich bei Gaußscher Verteilung die Wahrscheinlichkeit $q(\delta_n)$ für das Auftreten der Schwankung δ_n angeben läßt durch:

$$q(\delta_n) = \frac{1}{\sigma \sqrt{2\pi}} \exp\left(-\frac{\delta_n^2}{2\sigma^2}\right). \quad (1)$$

bedeutet die mittlere quadratische Abweichung. Bezeichnet $G(\omega)$ das Fourier-Spektrum eines Einzelimpulses, dann ist das Spektrum eines um die Zeit $nT_p + \delta_n$ später auftretenden Impulses gegeben durch $G(\omega) \cdot \exp - j\omega(nT_p + \delta_n)$. Wird eine unendliche Folge von Impulsen betrachtet, die mit der Periode T_p und deren Schwankungen δ_n aufeinander folgen, dann ergibt sich für den quadratischen Mittelwert $F(\omega)$ des Fourier-Spektrums nach MACFARLANE [2]:

$$F(\omega) = \left\{ 1 - \exp(-\sigma^2 \omega^2) \times \left[1 - \frac{2\pi}{T_p} \cdot \delta\left(\omega - \frac{2n\pi}{T_p}\right) \right] \frac{|G(\omega)|^2}{T_p} \right\} \quad (2)$$

$$n = 0, 1, 2, 3, \dots$$

Hierin bedeutet δ die Diracsche Deltafunktion und $G(\omega)$ die Fourier-Transformierte des Einzelimpulses. $\omega = 2\pi f$ ist die am HF-Spektrometer eingestellte Frequenz. Der Effektivwert $I_{\text{eff}} = U_{\text{eff}}/R_i$ des über R_i fließenden Entladungsstromes ergibt sich hieraus durch Integration über ω im Bereich der Resonanz-

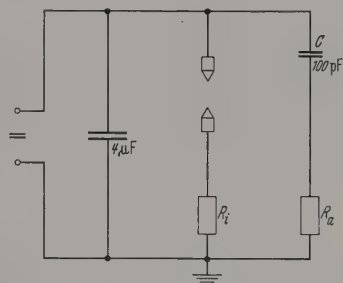


Abb. 1. Schaltbild zur Erzeugung von Trichel-Impulsen zwischen zwei Spitzen. $R_1 = 150 \Omega$, Innenwiderstand des HF-Spektrometers, Oszillograph an R_2 . Spitzenspannung 0,5 cm. Sonstiges wie in [1], Abb. 1

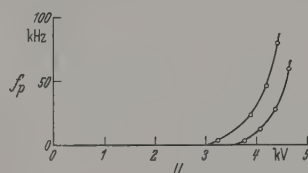


Abb. 2. Mehrdeutigkeit in der Zuordnung zwischen Pulsfrequenz f_p und anliegender Hochspannung U . Die beiden Kurven gehen durch Änderungen der Austrittsarbeit an der Kathode auseinander hervor

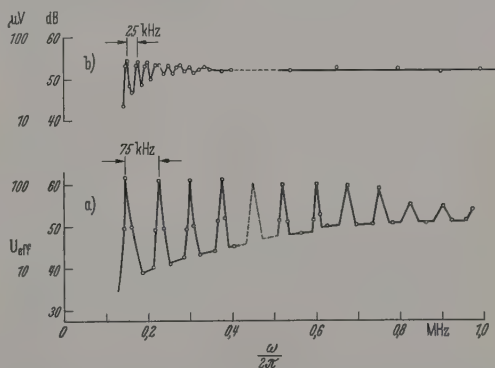


Abb. 3. Hochfrequenzspektren, gemessen in der Anordnung nach Abb. 1. Hierbei Hochspannung bei a) 4,4 kV; b) 3,9 kV. Pulsfrequenz durch Zählung bei a) 75 kHz; b) 25 kHz. Die Maxima liegen bei den n -fachen Werten der Pulsfrequenz. Im Bereich von 0,4 bis 0,5 MHz wurde nicht gemessen

breite $\Delta\omega$, wobei bei strenger Rechnung auch der Form der Resonanzkurve Rechnung zu tragen wäre. Es ist also zu bilden:

$$I_{\text{eff}}(\omega) = \sqrt{\frac{\omega + \frac{\Delta\omega}{2}}{\omega - \frac{\Delta\omega}{2}}} \int_{\omega - \frac{\Delta\omega}{2}}^{\omega + \frac{\Delta\omega}{2}} F(\omega') d\omega'. \quad (3)$$

Man erhält unter der Berücksichtigung, daß $\Delta\omega \ll \omega$, nach Einsetzen von (2) in (3):

$$I_{\text{eff}}(\omega) = \sqrt{1 - (\exp - \sigma^2 \omega^2) \cdot \Theta(\omega)}, \quad (4)$$

wenn keine Delta-Funktion im Integrationsbereich liegt, d.h. wenn das HF-Spektrometer auf keine Ober-

schwingung der Pulsfrequenz eingestellt ist und

$$I_{\text{eff}}(\omega_n) = \sqrt{1 - \left(1 - \frac{\omega_p}{\Delta\omega}\right) \cdot \exp(-\sigma^2 \omega_n^2) \cdot \Theta(\omega_n)}, \quad (5)$$

wobei

$$\omega_n = n \cdot \omega_p = \frac{2n\pi}{T_p},$$

wenn die Delta-Funktion mit dem Argument $(\omega - n\omega_p)$ im Integrationsbereich liegt, d.h. das HF-Spektrometer auf die n -te Oberschwingung der Pulsfrequenz eingestellt ist.

$\Theta(\omega)$ ist die Abkürzung für den durch die Form des einzelnen Impulses bedingten Faktor des Effektivwertes:

$$\Theta(\omega) = |G(\omega)| \cdot \sqrt{\frac{\Delta\omega}{T_p}}. \quad (6)$$

Das Spektrum des Einzelimpulses $\Theta(\omega)$ wurde in [1] näher untersucht, so daß hier nicht darauf eingegangen wird. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß die unmittelbare Messung des Spektrums $\Theta(\omega)$ des Einzelimpulses nur bei kleinen Pulsfrequenzen möglich ist, wie aus Abb. 3b und den Formeln (4) und (5) hervorgeht. Dann ist nämlich für hinreichend große ω : $I_{\text{eff}}(\omega) = \Theta(\omega)$. $\Theta(\omega)$ ist in dem Frequenzbereich nach Abb. 3 konstant, da der Einzelimpuls δ -funktionsartigen Charakter hat. Der Vergleich zwischen den theoretischen Überlegungen und den Meßergebnissen der Abb. 3 zeigt:

Der Verlauf des kontinuierlichen Spektrums ist durch den Wurzelausdruck in (4) bestimmt, d.h. durch eine mit wachsender Frequenz dem Wert Θ zustrebende Form der Glockenkurve. Hierüber lagert sich in Abständen der Pulsfrequenz ein Gitterspektrum von der Höhe nach Gl. (6). Das seitliche Abfallen der Maxima in Abb. 3 ist durch die Resonanzkurve, deren Breite $\Delta\omega$ ist, gegeben. Bei größeren Frequenzen nimmt die Höhe des Gitterspektrums nach (6) ab und dieser Anteil des Spektrums verschwindet schließlich ganz.

Die Beobachtung der Schwankungen der Pulsperiode zeigt, daß σ stets einen gewissen Bruchteil der Pulsperiode T_p darstellt, dessen Größenordnung gleich bleibt. Hieraus folgt nach (4), daß bei großen Pulsfrequenzen f_p und damit großem σ das kontinuierliche Spektrum am Anfang stärker abfällt gegenüber demjenigen bei kleinem f_p , was durch die Abb. 3a und b bestätigt wird. Die Größe σ erhält man mittels (4) aus der Abb. 3, indem man bei niedrigen Frequenzen die Näherung

$$I_{\text{eff}}(\omega) \approx \sigma \cdot \omega \cdot \Theta(\omega) \quad (7)$$

verwendet. Setzt man noch $\sigma = \kappa/\omega_p$, dann ergibt sich:

$$\kappa \approx \frac{\omega_p \cdot I_{\text{eff}}(\omega)}{\omega \cdot \Theta(\omega)}. \quad (8)$$

Der Faktor κ kennzeichnet das Verhältnis von mittlerer Schwankung zur Pulsperiode:

$$\frac{\kappa}{2\pi} = \frac{\sigma}{T_p}. \quad (9)$$

Die Auswertung von (8) ergibt bei Abb. 3a: $\kappa = 0,074$ und bei Abb. 3b: $\kappa = 0,047$; hieraus folgt, in Prozenten ausgedrückt:

$$\frac{\sigma}{T_p} \cdot 100 = 1,2\% \quad \text{bzw.} \quad 0,75\%.$$

Die beiden Zahlenwerte drücken die mittlere Abweichung von der genauen Periode bei den Pulsfrequenzen 75 und 25 kHz aus.

Bildet man aus der Gl. (4) oder (5) das Verhältnis von Effektivwerten des Stromes bei gleichen oder verschiedenen Frequenzwerten zueinander, so sind diese Verhältnisse von der Form des Entladungspulses unabhängig. Sie sind nur durch die Modulation der Impulse und die Größe ω und $\Delta\omega$ des Meßapparates bestimmt. Die richtige Beschreibung des Spektrums durch (4) bzw. (5) und die Angaben der Apparatur über ω und $\Delta\omega$ können auf diese Weise nachgeprüft werden.

III. Folgerungen

Die Untersuchung zeigt, daß bei sorgfältiger Beachtung der Schwankungen der Pulsfrequenz die Messung des hochfrequenten Spektrums auf ein kontinuierliches Spektrum mit überlagertem Gitterspektrum führt, wobei die Anteile der beiden Spektren von Betriebsbedingungen innerhalb der Entladungsstrombestimmung bestimmt sind. In der Praxis sind diese Bedingungen laufend Änderungen unterworfen, z.B. Änderungen der Hochspannung, der Oberflächenbeschaffenheit usw. Nimmt man hierbei an, daß die Form des Einzelimpulses unverändert bleibt, die Pulsfrequenz jedoch andere Werte annimmt, so bedingt dies bereits lebhaftige Änderungen des Ausschlags des HF-Spektrometers bei fest eingestellter Frequenz, dem nämlich nunmehr die Maxima des Gitterspektrums den eingestellten Frequenzwert durchlaufen. Je niedriger diese Frequenz ist, um so stärkere Ausschläge sind zu erwarten. Eine genauere Messung wird daher nur bei hohen Frequenzen möglich sein; wird aber nur einen Sinn haben, wenn zugleich der unruhige Verlauf des Spektrums zu überschauen. Die Verwendung eines Panoramaempfängers sei hierbei empfohlen. Tritt neben der Modulation der Pulsfrequenz noch eine Vielzahl von Impulsen verschiedener Höhe oder gar unterschiedlicher Form auf, wie einer Wechselhochspannung zu erwarten ist, so ist die Aufnahme des Spektrums wegen starker Schwankungen oft nicht mehr möglich; ein Rückschluß auf dem angezeigten Effektivwert auf die eigentlichen Impulsformen ist ausgeschlossen.

Zusammenfassung

Die Pulsfrequenz der bei der negativen Korona-Entladung auftretenden *Trichel*-Impulse schwankt nach einer Gaußschen Verteilung um einen Mittelwert. Dies führt zum Auftreten eines kontinuierlichen und darüber gelagerten diskreten hochfrequenten Spektrums, deren Anteile nach den Betriebsgrößen variieren. Eine für diese Impulsmodulation aufgestellte Beziehung gibt das Spektrum des Entladungstromes in Abhängigkeit von der Frequenz richtig wieder.

HEINTZ DR. KALLENBACH danke ich für Anregungen und Diskussionen.

Literatur: [1] HEINTZ, W.: Z. angew. Phys. 11, 51 (1958). [2] MACFARLANE, G. G.: Proc. Inst. Radio Engrs. 37, (1949). — [3] LOEB, L. B.: Handbuch der Physik von FLÜGGE, Bd. XXII, S. 520. Berlin: Springer 1956. [4] AMIN, M. R.: J. Appl. Phys. 25, 627 (1954).

Dr.-Ing. WERNER HEINTZ
Braunschweig, Physikalisch-Technische Bundesanstalt

Gitterbildung in aufgedampften Titanatschichten

Von OSKAR RÖDER

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 16. Januar 1960)

Einleitung

Barium- und Strontiumtitanat sind seit fast zwanzig Jahren Gegenstand zahlreicher Untersuchungen gewesen mit dem Hauptziel, die ferroelektrischen Eigenschaften dieser Stoffe zu ergründen und nutzbar zu machen. Die hohen Schmelzpunkte der Titanate erfordern mehr als 1500° C bedingen, daß Untersuchungen gesinterten Proben im Vordergrund stehen [1]. Daneben liegen Erfahrungen an Einkristallen vor, die beim Schmelzen gewonnen wurden [2]. Eine weitere Möglichkeit, die Titanate zu untersuchen, bietet sich an, indem sie in Hochvakuum aufgedampften Schichten, die sind hierüber im wesentlichen erst zwei Arbeiten veröffentlicht. Die Ergebnisse dieser Arbeiten sind entsprechend sowohl hinsichtlich der Frage, ob es zu Bildung eines Gitters kommt, als auch hinsichtlich der dielektrischen Messungen. Eine Klärung scheint aber wünschenswert.

Titanat-Aufdampfschichten

A. MOLL [3] hat dünne Schichten (0,1–1,6 μ) von Barium-Strontiumtitanat auf Glas und Glimmer aufgedampft und hält eine Kondensationstemperatur von 200° C zur Bildung kristalliner Schichten für erforderlich und ausreichend. Dabei soll ein Feld von maximal 10 kV/cm die Kristallisation im tetragonalen Gitter erzwingen. Im Bereiche der 20 cm-Wellen werden Werte der DK von der Größenordnung $\epsilon = 5000$ angegeben.

Der zweiten Arbeit von C. FELDMAN [4] liegen Untersuchungen an 1–2 μ dünnen Bariumtitanatschichten zugrunde, die er auf Platinblech aufdampfte. Diese Schichten wurden bei Temperaturen bis zu 1400° C an Luft getempert. Röntgenuntersuchungen zeigten, daß sich Bariumtitanatkristalle erst oberhalb 1000° C bildeten. Messungen der DK bei 1 kHz ergaben nach dem Temperm Werte von der Größenordnung $\epsilon = 250$.

Die Herstellung der Titanat-Schichten erfolgte in beiden Arbeiten durch Verdampfen der Substanz im Vakuum bei Drucken von 10^{-8} Torr. Hierbei tritt folgende wesentliche Schwierigkeit auf: Füllt man ein Substanzgemisch vor dem Aufheizen in das Verdampfungsschiffchen, so bewirken die unterschiedlichen Dampfdrucke der Einzelkomponenten eine Entmischung. Anfangs herrscht die Komponente mit dem höheren Dampfdruck in dem Dampfstrahl vor; die entstehende Schicht wird dadurch aus einzelnen Schichten verschiedener stöchiometrischer Zusammensetzung gebildet. Diese Entmischung kann durch eine sehr geringe, jedoch fast kontinuierliche Substanzeingabe und jeweils vollständige Verdampfung vermieden werden, wie dies zuerst bei A. MOLL beschrieben ist.

Die hohen Siedepunkte der Titanate (bzw. der Oxide ihrer Komponenten) erfordern ein Aufheizen der Wolframschiffchen auf mehr als 2500° C. In diesem Falle läßt der Strahlungsdruck zu feines Pulver

bei der Substanzeingabe nicht in das Schiffchen kommen. Das Ausgangsmaterial wurde daher auf Korngrößen zwischen 0,2 und 0,8 mm Durchmesser ausgesiebt. Störendes Dekrepieren der Kristalle läßt sich durch vorheriges Glühen im Tiegel bei 800–1000° C weitgehend ausschalten. Als Ausgangsmaterial diente Bariumtitanat der Firma Riedel-de Haen, Hannover, sowie Barium- und Strontiumtitanat der Rosenthal-Isolatoren GmbH in Selb (Oberfranken).

Ergebnisse

a) Eigenschaften der Schichten

Die Kondensation der Substanzen erfolgte auf Glas, Quarz- oder Glimmerträgern bei Temperaturen zwischen 50 und 400° C. Die Schichten hafteten auf diesen Trägern sehr gut, ihre Farbe war in dünnen Schichten gelb bis grün (glasig), bei dickeren Schichten gelbbraun bis schwarz. Nach dem Glühen an Luft wurden auch die dicksten Schichten (etwa 5 μ) von 500° C an farblos oder weiß (porös). Die Schichten enthielten offensichtlich durch die Wolframschiffchen reduziertes schwarzes TiO, welches wieder zu weißem TiO₂ durch Glühen oxydiert wird. Auskleiden der Schiffchen mit BeO oder ZrO₂ hatte keinen merklichen Einfluß. Auch nach dem Tempern bis zu 1000° C hafteten die Schichten auf Quarz sehr fest. Beim Tempern oberhalb 600° C auf Glimmerträgern quillt der Glimmer stark und zerfällt; dickere aufgedampfte Schichten haften nicht mehr. Abgeplatzte Titanatschuppen wurden anschließend der Debye-Scherrer-Analyse unterworfen.

Zur experimentellen Klärung der Frage, welche Kondensationstemperatur zu wählen ist, um eine Gitterbildung zu ermöglichen, und welche Gitter der Titanate gebildet werden, wurden die aufgedampften Proben in Pulverform nach dem Debye-Scherrer-Verfahren untersucht. Dabei konnte eine Abhängigkeit von den unterschiedlichen Trägern Glas, Quarz oder Glimmer bei den erhaltenen Aufnahmen nicht beobachtet werden, während das Tempern im Ofen bis 1000° C nach dem Aufdampfen sich als wesentlich erwies.

Der Einfluß eines elektrischen Gleichfeldes von 8 kV/cm bei Kondensationstemperaturen von etwa 200° C und anschließender Abkühlung, wie es von A. MOLL als wesentlich beschrieben wurde, konnte jedoch nicht festgestellt werden. Es zeigten vielmehr bei 200° C Kondensationstemperatur hergestellte Schichten von Bariumtitanat, Strontiumtitanat sowie auch Gemische beider Substanzen keine Struktur.

b) Debye-Scherrer-Aufnahmen

Um von den aufgedampften Proben Debye-Scherrer-Aufnahmen herstellen zu können, mußten die Schichten von dem Träger abgeschabt werden. Man erhält so ein feines Pulver, dessen Teilchengröße bei 10⁻⁴ cm liegt. Daneben wurden auch von Glimmer-

trägern abgeplatzte Titanatschuppen untersucht. Die Anfertigung der zylindrischen Präparate für die Aufnahmen geschah entweder durch Aufkleben des Pulvers mit Zaponlack auf Glasstäbchen von etwa 0,2 mm Durchmesser oder durch Füllen von Mark-Röhrchen. Die Aufnahmen erfolgten in einer Debye-Scherrer-Kamera von 18 cm Innenumfang mit Cu-K α -Strahlung bei 30 kV und 20 mA Anodenstrom. Die K α -Strahlung wurde in einer Ni-Folie absorbiert. Die Belichtungszeiten betrugen etwa 60 min.

Bei Kondensationstemperaturen von 20–250° C erhält man ausschließlich diffus gestreute Röntgenstrahlung. Damit ist der Beweis erbracht, daß keine größeren, geordneten Kristallbezirke in der Schicht vorgelegen haben können.

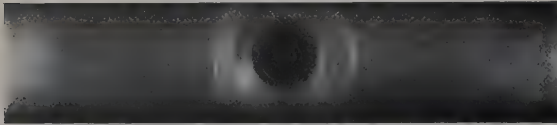


Abb. 1. Barium-Strontiumtitanat auf Quarzträger aufgedampft und anschließend 1 Std bei 500° C getempert. Debye-Scherrer-Aufnahme. Das Gitter ist noch sehr unvollkommen



Abb. 2. Barium-Strontiumtitanat auf Quarzträger aufgedampft und anschließend 1 Std bei 950° C getempert. Debye-Scherrer-Aufnahme. Die Linien entsprechen der tetragonalen Struktur, sie sind etwa ebenso scharf wie die Linien der kubischen Ausgangssubstanz

Andererseits erhält man von etwa 250° C an bis zu den höchsten Temperaturen von 950° C zunehmend schärfere Linien, wie sie die Abb. 1 und 2 zeigen.

Die Ergebnisse der röntgenographischen Untersuchungen an den bis 300° C getemperten Proben lassen die erwähnten Messungen der DK von A. MOLL bei 1,5 GHz, die nicht im Kieler Institut ausgeführt wurden, sehr zweifelhaft erscheinen. Zur Kontrolle konnten durch freundliches Entgegenkommen des Zentrallabors der Philips-Werke in Hamburg Hohlleitersmessungen vorgenommen werden. Die Ables-

genauigkeit der dort mit 4 cm-Wellen betriebenen Messung ließ eine Entscheidung darüber zu, ob die kleiner oder größer als 50 war. Es zeigte sich, daß unterhalb 400° C getemperten Schichten mit Sicherheit eine DK unter 50 besitzen, in völliger Übereinstimmung mit den röntgenographischen Befunden. Auch hierbei konnte ein Einfluß eines bei der Kondensation angelegten Feldes von 8 kV/cm nicht festgestellt werden. Die Resultate der Arbeit von A. MOLL müssen also in dem Sinn korrigiert werden, daß dort gewählten Kondensationstemperaturen für Bildung einer Gitterstruktur in den Aufdampfschichten noch nicht ausreichen. Offenbar sind die Herrn MOLL an dritter Stelle veranlaßten Messungen der DK fehlerhaft.

Hohlleitersmessungen an Proben, die zwischen 600 und 1000° C getempert waren, gelangen nicht. Sie scheiterten daran, daß auf Glimmer und Quarz gedampfte Proben nach dem Tempern nicht mehr als Meßproben geeignet sind: Im Falle des Glimmers wird der Träger zerstört, während die Schichten auf Quarz nach dem Tempern nicht mehr homogen sind; sie quellen auf und werden porös.

Zusammenfassung

Aufgabe der vorliegenden Arbeit war es zu klären, unter welchen Bedingungen aus der Gasphase kondensierte Titanate ein Kristallgitter bilden. Die Titanate werden im Hochvakuum auf Glas, Quarz oder Glimmer niedergeschlagen, anschließend noch an Luft bis zu 1000° C getempert. Nach dem Tempern werden die Schichten vom Träger abgeschabt und als Pulver der Debye-Scherrer-Analyse unterworfen. Es zeigt sich, daß Gitterbildung Temperaturen von mindestens 400° C erforderlich sind.

Literatur: [1] SACHSE, H.: *Ferroelektrika*. (Technische Physik in Einzeldarstellungen, Bd. 11.) Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1958. — [2] KAY, H. F., and R. RHODES: *Nature*, Lond. **160**, 126 (1947). — BLATTNER, B. T., MATTHIAS u. W. MERZ: *Helv. phys. Acta* **20**, 225 (1947). — [3] MOLL, A.: *Z. angew. Phys.* **10**, 410 (1958). — [4] FRIEDMAN, C.: *Rev. Sci. Instrum.* **26**, 463 (1955).

Dipl.-Phys. OSKAR RÖDER
Institut für Experimentalphysik der Universität Kiel

Eine Metallapparatur für Versuche im Ultrahochvakuum (UHV)

Von HORST EHLERS und JUSTUS MOLL

Mit 6 Textabbildungen

(Eingegangen am 9. März 1960)

1. Einleitung

Seit den grundlegenden Arbeiten von ALPERT u. Mitarb. ist man in der Lage, Drucke unter $1 \cdot 10^{-8}$ Torr zu messen und zu erzeugen [1–3]. Nach diesen Erfahrungen entwickelte sich eine Technik, in kleinen, ausheizbaren, zusammengeschmolzenen Glasapparaturen Ultra-Hochvakuum (UHV) herzustellen. Praktische Ergebnisse von physikalischen Experimenten in diesen kleinen Glasapparaturen sind erst in geringem Umfang bekannt.

Es läßt sich aber absehen, daß für eine große Zahl interessanter Experimente, die man bei niedrigen Drucken durchzuführen wünscht, diese Labortechnik nicht ausreicht. Man hat daher in jüngster Zeit versucht, diese niedrigen Drucke auch in größeren Metallbehältern herzustellen. Meist bedient man sich dabei für Hochvakuum gezüchteten Diffusionspumpen mit ausgewählten Treibmitteln. Zwischen Behälter und Diffusionspumpe wird noch eine Kühlfalle eingeschaltet, die mit flüssigem Stickstoff gekühlt ist. A

chiedenen Laboratorien wird berichtet, daß man diese Weise Drucke unter 10^{-9} Torr erreicht hat [8]. An Versuchen, diese niedrigen Drucke durch kleine Getterpumpen (Ionengetterpumpen) [9, 10], durch Kondensation des Restgases an Fallen, die man mit flüssigem Helium kühlt [11] oder durch Verwendung von Cu-Fallen in Verbindung mit Diffusionspumpen [12, 13] zu erreichen, fehlt es nicht.

In einigen Fällen benutzte man zum Aufbau der Apparatur Schutzgas geschweißten Apparat aus nichtrostendem Stahl an allen häufig zu lösenden Verbindungen Flansche mit Golddraht als Dichtung. Die Anforderung an die Präzision der Herstellung dieser Apparate ist hoch, und ein Ausheizen dieser Apparaturen bei 400 bis 450°C ist möglich. MILLERON berichtet über die Verwendung von speziellen Kupferdichtungen. Die Abdichtung gelingt mit Hilfe von Heliumlecksuchgeräten, aber die Apparatur konnte nur bis 200°C aufgeheizt werden.

Zum Einbau von Fenstern und Stromdurchführungen wurden die bekannten Glasmittelverschmelzungen und Metallkeramikverbindungen zu größeren Dimensionen weiterentwickelt. (Ausstellung von Bauelementen für Fusionsapparaturen auf der 2. Internationalen Konferenz, Genf 1958.)

Zur Herstellung von ausheizbaren Ventilen mit Metalldichtungen und metallischen Ventilsitzen werden verschiedene Methoden erwähnt [5, 6, 14]. Die Lötung im Hochvakuum hat sich bei der Verbindung komplizierter Teile bewährt.

Bis man diese Apparate soweit vorbereitet hat, um UHV erreicht werden kann, braucht man wegen der notwendigen Ausheizzeiten (10 bis 20 Std) mindestens 1 bis 2 Tage. Dabei ist noch nicht die für die Versuche erforderliche Zeit eingeschlossen.

Voraussetzung für das Erreichen von UHV ist, daß die fortlaufend in den Behälter einströmende und verdampfende Gas- und Dampfmenge im Verhältnis zur Sauggeschwindigkeit der Pumpe möglichst stark vermindert wird. Das einströmende Gas kommt von Unreinlichkeiten an dem Vakuumsystem. Aus der Pumpe strömen Dämpfe zurück in den Vakuumraum, die von den Wänden werden bei sinkender Zahl der Teilchen im Vakuumraum adsorbierte Gase und Dämpfe entfernt. Eine UHV-Apparatur muß also grundsätzlich die folgenden Anforderungen erfüllen:

1. Ausreichende Dichtigkeit.
2. Geeignetes Pumpensystem, das für alle auftretenden Gase und Dämpfe bei den gewünschten Arbeitsdrucken noch eine ausreichende Saugleistung hat.
3. Verminderung der adsorbierten Verunreinigungen vor dem Versuch durch Ausheizen der gesamten Apparatur.
4. Einbau einer Anordnung zum Messen des Totaldrucks, der in der Apparatur herrscht.

II. Aufgabenstellung

Ziel der vorliegenden Arbeit war es, für geplante Versuche im UHV eine möglichst anpassungsfähige Metallapparatur zu schaffen. Das Aufbauprinzip sollte für Arbeitsvolumina von einigen Litern bis zu einigen tausend Litern das Erreichen von UHV in angemessenen Zeiten möglich machen. Gute Ausheizbarkeit, Betriebssicherheit und die Lösung der erforderlichen Meßtechnik waren selbstverständliche Voraussetzungen. Die Brauchbarkeit für vielseitiges

Experimentieren verlangte auch entsprechende konstruktive Lösungen für Stromdurchführungen, Drehdurchführungen, Einblickfenster usw.

Da sich für diese Aufgabe offenbar die Unterteilung der Apparatur in mehrere Druckstufen eignet, wurde eine schon 1953 verwendete Doppelglocken-Anordnung [15] in wesentlichen Merkmalen weiterentwickelt.

III. Versuchsanordnung

Abb. 1 zeigt die prinzipielle Lösung, die für das angegebene Problem gefunden wurde.

Ein dünnwandiger Behälter ist in einem Hochvakuumkessel eingebaut. In diesem zweiten Kessel kann durch eine Öldiffusionspumpe mit wassergekühltem Baffle ohne besondere Schwierigkeiten ein

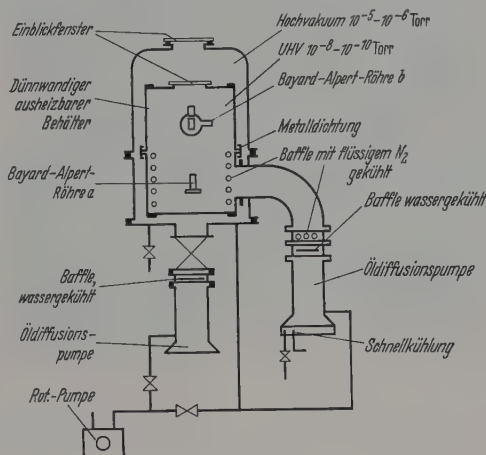


Abb. 1. Schematische Darstellung der UHV-Apparatur

Druck von 10^{-5} bis 11^{-6} mm Hg erreicht werden. Als Dichtungsmaterial dient an den Verbindungen, die selten geöffnet werden müssen, Metall. Alle Verbindungen, die häufig gelöst werden müssen, sind mit Spezialgummidichtungen ausgestattet. Der Druck in diesem System wird mit einem Penning-Meßgerät oder einem Ionisationsmanometer überwacht. Der dünnwandige Behälter ist an eine getrennte Öldiffusionspumpe angeschlossen. Zwischen Behälter und Pumpe wurde je ein mit flüssiger Luft gekühltes und ein mit Wasser gekühltes Baffle eingebaut. Zur Verbesserung der Vakuumbedingungen im UHV-Behälter für kurze Chargenzeiten wird noch eine Tiefkühlfalle im Innern angeordnet.

Das ganze UHV-System ist bei 400 bis 450°C ausheizbar. Der innere Behälter wird durch eine Niederspannungsheizung erwärmt, bei dem die Wand des Behälters als Heizleiter wirkt. Dieser innere Topf ist aus dünnem, korrosionsbeständigem Stahlblech hergestellt. Er hat eine geringe Wärmekapazität und ist daher rasch aufheizbar. Die Hochstromzuführungen sind im unteren Teil des äußeren Behälters untergebracht. Damit die Glocke des äußeren Behälters leicht abgenommen werden kann, wurden auch alle anderen Einführungen (z.B. Kühleleitung, Meßleitungen, Stromdurchführungen, Drehdurchführung), von unten zugeführt. Entsprechendes gilt für den inneren Behälter. Hingegen ist das Fenster jeweils am oberen Ende der Glocke der beiden Behälter angebracht.

Der dünnwandige Behälter enthält die Druckmeßtriode, welche frei im Raum hängt, sowie einen Verdampfer.

Eine einfache Überlegung zeigt zwei wesentliche Vorteile dieser Konstruktion:

a) Bei dem geringen Druckgefälle zwischen dem äußeren und dem inneren Raum ist die mechanische

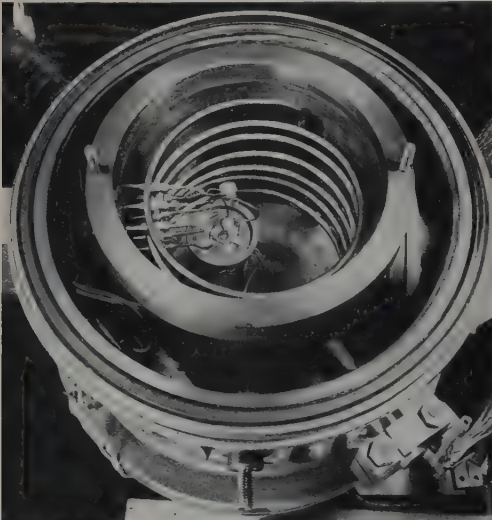


Abb. 2. Blick von oben auf die Behälter bei abgehobenen Glocken

Belastung des inneren Behälters sehr gering und kann vernachlässigt werden. Auch bei hohen Temperaturen braucht man nicht zu befürchten, daß der Behälter

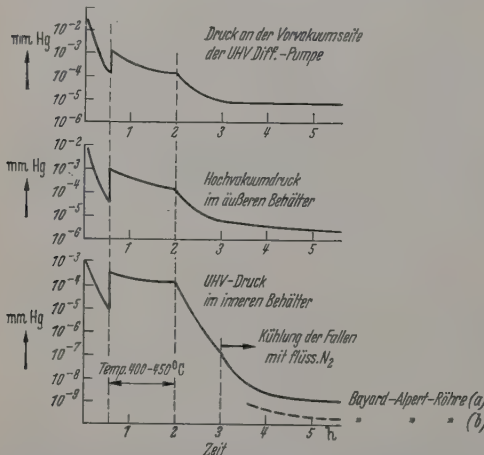


Abb. 3. Zeitlicher Verlauf des an drei verschiedenen Stellen gemessenen Druckes während des Auspumpprozesses. Die gestrichelte Kurve der untersten Abbildung wird erst nach längerer Ausheizzeit (einige Stunden), die für das Ausheizen des Glasmantels der Meßröhre erforderlich ist, erreicht

zusammengedrückt wird. Hohe Temperaturen sind aber für einen schnellen Ausheizvorgang unerlässlich.

b) Der innere Behälter braucht nicht extrem dicht zu sein. Damit entfällt eine langwierige und unsichere Lecksuche oder Dichtigkeitskontrolle nach dem Zusammenbau. Dieser Vorteil ist von entscheidender Bedeutung für die einfache Konstruktion der Flansch-

verbindungen, Einführungen und Fenster. Einfache Metalledichtungen genügen den Anforderungen im vollen Umfang. Das Material muß so ausgewählt werden, daß es den mechanischen Ausdehnungen, die auftreten bei Temperaturänderungen ohne elastische Verformung gerecht wird.

Die Versuchsanordnung ist so gewählt, daß der ganze innere Aufbau schrittweise montiert werden kann.

Das Pumpsystem für einen UHV-Behälter mit etwa 10 Liter Inhalt besteht aus einer zweistufigen Gasballastpumpe (Leybold D6) von $6 \text{ m}^3/\text{Std}$ Saugleistung bei Atmosphärendruck und zwei Öldiffusionspumpen der Leybold DO-Reihe von 100 Liter Saugleistung bei 10^{-3} Torr. Beide Diffusionspumpen sind mit Schnellkühlung ausgerüstet.

Soll das innere Volumen nicht dauernd mit der Diffusionspumpe in Verbindung stehen, so kann eine eingebaute Gettereinrichtung oder Ionengetterpumpe verwendet werden. Die Vakuumleitung zur Diffusionspumpe muß allerdings dann durch ein Ventil abschließbar sein.

Abb. 2 zeigt das Innere des unteren Teils des Behälters. Man erkennt im inneren Behälter die Alperöhre und die Rohrschlange für flüssige Luft.

IV. Ablauf des Evakuierungsprozesses

Nach der Vorevakuierung der Anlage durch rotierende Pumpe wird das Hochvakuumventil geöffnet, so daß die im Betrieb befindliche erste Diffusionspumpe die Anlage evakuiert. Anschließend wird die Heizung der zweiten Diffusionspumpe eingeschaltet und das UHV-System etwa $1\frac{1}{2}$ Std auf 450°C ausgeheizt. Ist der Ausheizprozeß beendet, wird die im UHV-Behälter befindliche Rohrschlange zunächst mit Luft und nach etwa einer Stunde (bei einer Behältertemperatur von etwa 120 bis 150°C) mit flüssiger Luft gekühlt. Kurze Zeit darauf, insgesamt etwa 3 bis 4 Std nach dem Einschalten der Rotationspumpe, ist ein Druck von $1 \cdot 10^{-8}$ Torr erreicht und die im UHV beabsichtigten Versuche, z. B. die Aufdampfung, können beginnen. Eine Übersicht über den zeitlichen Verlauf der Drucke in der Anlage beim Auspumpprozeß gibt Abb. 3.

Soll das System belüftet werden, so muß vorher die zweite Diffusionspumpe mit der Schnellkühleinrichtung abgekühlt werden, was etwa 10 min in Anspruch nimmt. Dann wird das Hochvakuumventil geschlossen und beide Behälter, welche über die zweite Diffusionspumpe ohne Absperrventil in Verbindung stehen, gleichzeitig belüftet. Selbstverständlich müssen vor dem Belüften die Kühlfallen auf eine Temperatur gebracht werden, die über dem Taupunkt der eingelassenen Gase liegt.

V. Ergebnisse

Die bei den zahlreichen bisher durchgeführten Versuchen gewonnenen Erfahrungen führen zu folgenden Ergebnissen:

1. UHV-Enddruck

Zur Druckmessung im UHV wurden vergleichsweise zwei verschiedene Meßsysteme benutzt, und zwar

a) Ein „offenes“ Triodensystem (Leybold IM2)

) Eine Triode im Glaskolben, der eine Öffnung etwa 17 mm Durchmesser (Leybold IM10) hatte. Beide Trioden haben die prinzipielle Elektrodenanordnung nach BAYARD-ALPERT. Der erreichte UHV-Enddruck betrug, gemessen im System a: $3 \cdot 10^{-9}$ Torr, und gemessen mit System b: $5 \cdot 10^{-10}$ Torr, d.h. das System b zeigt einen wesentlich besseren Druck an als das System a. Dieses Ergebnis steht in Übereinstimmung mit Messungen ähnlicher Art, die früher in höherem Druckbereich durchgeführt wurden [16]. Die Meßmethode ist vergleichbar mit den Meßmethoden in den eingangs erwähnten Arbeiten.

2. Metalledichtungen für Flanschverbindungen, Durchführungen und Fenster

Um beurteilen zu können, welche Dichtigkeit die verschiedenen Metalledichtungen haben müssen, sei folgende Abschätzung durchgeführt:

Nimmt man an, daß die Gasmenge, die vom Hochvakuumraum in den inneren Behälter strömt, durch

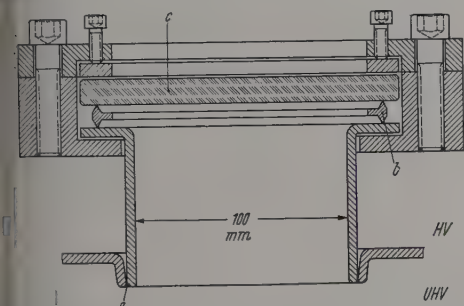


Abb. 4. UHV-Einblickfenster. a Schweißnaht, b Cu-Dichtungsring, c Hartglas- bzw. Quarzglasplatte, HV Hochvakuumseite, UHV Ultrahochvakuumseite

den Leitwert von $2 \cdot 10^{-3}$ Liter/sec bestimmt wird, so ist eine Diffusionspumpe mit einer Saugleistung von 100 Liter/sec instande, diesen Behälter, auf dem ein Außendruck von $5 \cdot 10^{-6}$ Torr lastet, auf einen Enddruck von $1 \cdot 10^{-10}$ Torr zu evakuieren. Voraussetzung für eine derartige Betrachtung ist, daß die Gaseinstromung von den Wänden und der Pumpe durch eine geeignete Arbeitstechnik entsprechend klein gehalten wird. Außerdem muß die Sauggeschwindigkeit des Pumpsystems bis zu niedrigsten Drücken hin konstant bleiben; zu dieser Annahme berechtigen jedoch die jüngsten Untersuchungen mit verschiedenen Gasen [4].

Da der UHV-Behälter zur Durchführung von Experimenten mit mehreren Verbindungsstellen ausgestattet sein muß (z.B. für Durchführungen), sollte der Leitwert jeder einzelnen Dichtung wesentlich unter dem obengenannten Wert liegen, sofern man nicht zu einem Pumpsystem höherer Saugleistung übergehen kann.

Als Beispiele für ausheizbare Verbindungen mit Metalledichtungen zeigen die Abb. 4, 5, 6, den Aufbau eines Fensters, einer Drehdurchführung und einer Stromdurchführung. Für die Herstellung wurden außer dem Hartglas, bzw. dem Quarzglas für das Fenster, Degussit-Platten für die Stromdurchführung und ein Cu-Konus für die Drehdurchführung nur V2A-Ni sowie Dichtungsringe aus Cu verwendet. Die

Dichtungsringe sind aus Stabmaterial gefertigt und wurden nach dem Schweißen unter Schutzgas bis zu dem gewünschten Profil abgedreht. Der starken thermischen Beanspruchung der Verbindungen beim Ausheizen genügen Bauteile aus Cu und V2A wegen ihres annähernd gleichen Ausdehnungskoeffizienten

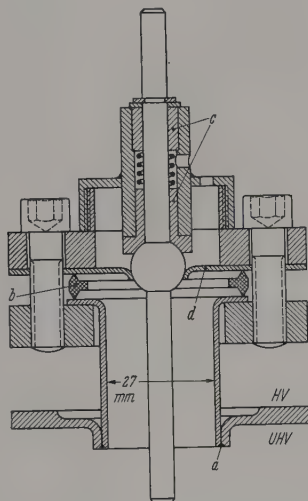


Abb. 5. UHV Drehdurchführung. a Schweißnaht, b Cu-Dichtungsring, c Cu-Buchsen, d konischer Sitz aus Cu für die Kugel, HV Hochvakuumseite, UHV Ultrahochvakuumseite

am besten. Zum Vergleich mit der obigen rechnerischen Betrachtung wurden die Leitwerte verschiedener Einzelteile in der UHV-Apparatur bei $1 \cdot 10^{-1}$ Torr gemessen.

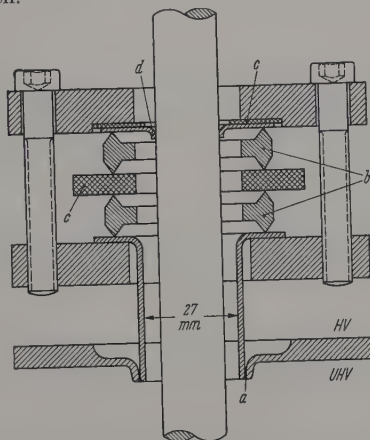


Abb. 6. UHV-Stromdurchführung. a Schweißnaht, b Cu-Dichtungsring, c Degussitplatte, d Hartlötverbindung, HV Hochvakuumseite, UHV Ultrahochvakuumseite

So ergaben sich z.B. für die Drehdurchführung vor dem Ausheizen Leitwerte von 1 bis $3 \cdot 10^{-3}$ Liter/sec. Bei langsam bewegter Achse lagen sie maximal 10% höher.

Die Leitwerte des Fensters und der Stromdurchführung waren mindestens eine Größenordnung kleiner. Nach dem Ausheizen lagen die Leitwerte innerhalb der Meßgenauigkeit bei gleichen Werten.

Der Leitwert der Dichtungen des UHV-Behälters mit Hauptflanschverbindung und ohne Durchführungen

lag, wie gelegentliche Messungen ergaben, weit unter $1 \cdot 10^{-3}$ Liter/sec. Die Hauptflanschverbindung konnte oft geöffnet und zuverlässig ohne Mühe zu unveränderter Dichtigkeit wieder zusammengesetzt werden, so daß jegliche Lecksuche entfällt. Es wurde z.B. ein und derselbe Dichtungsring bei 19 Chargen hintereinander benutzt, ohne daß sich der Leitwert meßbar veränderte. Daß man in der Praxis ohne weiteres mit wesentlich geringeren Leitwerten rechnen kann, zeigten Druckanstiegsmessungen an Verbindungsstellen der geschilderten Art unter Atmosphärendruck mit Meßwerten zwischen $1 \cdot 10^{-4}$ und $5 \cdot 10^{-3}$ Torr · Liter/sec.

Erfahrung und Überlegung zeigen, daß diese Konstruktion den Anforderungen an die Dichtigkeit der Apparatur voll gerecht wird und nicht das Erreichen niedriger Drucke beeinträchtigt.

3. Das von uns gewählte Pumpsystem mit der zweifachen Diffusionspumpe hat den wesentlichen Vorteil einfacher Handhabung. Weitere Untersuchungen werden zeigen, ob sich die erreichten UHV-Drucke durch Änderung des Pumpsystems erniedrigen lassen.

4. Die vergleichenden Untersuchungen mit mehreren Meßsystemen haben uns gezeigt, daß die heute bekannten Methoden keine vergleichbaren Ergebnisse liefern. Offene, ausheizbare Systeme bieten nach unserer Anschauung noch den besten Schutz vor groben Fehlmessungen. Aus Mangel an absoluten Meßanordnungen wäre eine internationale Konvention über die Meßmethodik eine dringende Notwendigkeit.

VI. Erfahrungen beim Verdampfen von Metallen im UHV

Zur Frage, in welcher Weise sehr saubere Aufdampfschichten im UHV gewonnen werden können, interessieren die Vorbehandlung und die Entgasung des zu verdampfenden Materials.

In der beschriebenen Apparatur wurden verschiedene Aufdampfprozesse durchgeführt. Es wurden Metalle verdampft mit einer Verdampfungstemperatur bis zu 1500°C bei Drucken zwischen $2 \cdot 10^{-8}$ Torr bis $1 \cdot 10^{-9}$ Torr.

Zur Verkürzung der Entgasungszeiten wurden möglichst einfache Verdampfer benutzt. Ein Wolfram-Blech von der Größe $30 \times 6 \times 0,05$ mm und ein gleiches Eisenblech diente zur Herstellung von Schiffchen. Gold, Silber und Aluminium wurden in Mengen von etwa 50 mg verdampft.

Die Metalle waren technisch rein und die Schiffchen wurden vor dem Gebrauch leer im UHV ausgeglüht.

Nach einigen Vorversuchen hat sich für das Entgasen und Aufdampfen unter den gewünschten Bedingungen das folgende Rezept bewährt: Bei Beginn des Ausheizens der Apparatur wurde das Metall im Hochvakuum aufgeschmolzen und dabei vorentgast. Bei der weiteren Ausheizung wurde dann die Temperatur mehrmals etwas über den Schmelzpunkt gesteigert. Dabei sollte noch keine nachweisbare Verdampfung eintreten.

Nach dem Erreichen des Drucks, bei dem die Verdampfung stattfinden soll, wurde die Temperatur stufenweise so erhöht, daß sich der Druck maximal um den Faktor 2 verschlechterte.

Wie zu erwarten ist, nimmt der Zeitraum für Entgasung und Verdampfung mit höherer Verdampfungstemperatur rasch zu. Es ist möglich, die Ausheizzeit für die gleichzeitige Entgasung zu benutzen, wenn die Verdampfungstemperatur unter 1500°C liegt. Bei hoher Verdampfungstemperatur wird die für die Entgasung des Schiffchenmaterials (z.B. Wolfram, Ta) benötigte Zeit bei den angewandten Ausheizbedingungen sehr lang (einige Stunden), wie entsprechende Versuche zeigten. Außerdem werden die unterliegenden Apparateteile so stark mit erwärmt, daß auch sie im verstärkten Maße Gas abgeben. Für Aufdampfprozesse bei diesen Temperaturen muß das in Frage kommende Material vorher gesondert unter UHV (Hochvakuum genügt nicht) genügend lange entgast werden, und zwar in der gleichen Apparatur, da bei Gaszutritt nach der Entgasung wieder Adsorption von Gasen erfolgt.

Ein Überblick über die Bedingungen während des Aufdampfprozesses ist in der Tabelle gegeben.

Tabelle. Übersicht über die Versuchsbedingungen beim Aufdampfen verschiedener Schichten

Material des Verdampfers	Verdampfte Substanz	Verdampfungstemperatur	Schichtträger	Druck während des Aufdampfprozesses [Torr]	Vorbereitungszeit für den Verdampf
W	Ag	1047°C	Glas	$5 \cdot 10^{-9}$ — $1 \cdot 10^{-8}$	15 min
W	Al	996°C	Glas	$5 \cdot 10^{-9}$ — $1 \cdot 10^{-8}$	15 min
W	Au	1465°C	Glas	$5 \cdot 10^{-9}$ — $2 \cdot 10^{-8}$	30 min
Fe	Fe	1447°C	Glas	$5 \cdot 10^{-9}$ — $2 \cdot 10^{-8}$	45...75 min

Zusammenfassung

Es wird eine Methode beschrieben, in welcher Weise Ultrahochvakuum (UHV) in einer Metallapparat erzeugt werden kann. Das angegebene Bauprinzip für die Apparatur kann leicht für die zahlreichen Versuchsaufgaben variiert werden.

Praktische Ergebnisse von den Untersuchungen, die mit einer Laborapparatur gewonnen werden konnten, werden mitgeteilt und entsprechen den gestellten Erwartungen. Die Zeit vom Schließen bei Atmosphärendruck bis zum Erreichen eines Drucks im Bereich von 10^{-9} Torr beträgt rund 4 Std.

Literatur: [1] ALPERT, D.: Rev. Sci. Instrum. **21**, 51 (1950). — [2] ALPERT, D.: J. Appl. Phys. **24**, 860 (1953). — [3] ALPERT, D.: J. Appl. Phys. **25**, 202 (1954). — [4] NÖLLER, H. G., G. REICH und W. BÄCHLER: Transactions, Sixth National Symposium on Vacuum Technique 1959. — [5] MILLERON, N.: Transactions, Fifth National Symposium on Vacuum Technique 1958. — [6] GROOVE, J. D.: Transactions, Fifth National Symposium on Vacuum Technique 1958. — [7] ULLMAN, J. R.: Transactions, Fourth National Symposium on Vacuum Technique 1957. — [8] NÖLLER, H. G., G. REICH und W. BÄCHLER: Transactions, Fourth National Symposium on Vacuum Technique 1957. — [9] ALPERT, D.: Vacuum **9**, 89 (1959). — [10] HERB, R. G.: Vacuum **9**, 9 (1959). — [11] REDHEAD, P. A.: Transactions, Fifth National Symposium on Vacuum Technique 1958. — [12] ALPERT, D.: Rev. Sci. Instrum. **24**, 1004 (1953). — [13] CARMICHAEL, J. H. und W. C. LANGE: Transactions, Fifth National Symposium on Vacuum Technique 1958. — [14] REYNOLDS, F. L.: Transactions, Second National Symposium on Vacuum Technique 1955. — [15] MOLL, J.: Diss. Darmstadt 1954. — [16] BLEARS, J.: Proc. Roy. Soc. Lond. **188**, 62 (1946).

Dr. HORST EHLEERS und Dr. JUSTUS MOLL,
Leybold-Hochvakuum-Anlagen GmbH, Köln-Bayental

Elektronische Schaltung der Belichtungszeiten bei Röntgenanlagen

Von ARNOLD PFAHL

Mit 13 Textabbildungen

(Eingegangen am 20. September 1959)

I. Einleitung

Bei drei Problemen haben immer wieder die Hersteller und Benutzer medizinisch-diagnostischer Röntgenanlagen beschäftigt:

1. Präzises Schalten von so kurzen Belichtungszeiten, daß für alle praktischen Zwecke die Bewegungsschärfe vernachlässigbar wird (siehe z.B. DESCHER [5]).

2. Hohe Wiederholungsfrequenzen der Belichtungen.

3. Stabilisierung der Spannung an der Röntgenröhre, aber nicht nur bei Anwendungen auf dem Gebiet der Medizin, sondern auch bei Arbeiten von Physikern. Denn diese Fragen von Wichtigkeit sein, wie z.B. bei der Untersuchung des Nachleuchtens von Leuchtstoffen nach Erregung mit Röntgenstrahlen (siehe PFAHL [17]).

Eine befriedigende Lösung wurde durch die Anwendung elektronischer Steuermethoden gefunden, bei denen der Schaltvorgang von einem mechanischen Filter auf der Primärseite des Generators in eine Elektronenröhre auf der Sekundärseite verlegt wird (Abb. 1a und b).

Die Schaltung soll ermöglichen:

a) Das Öffnen und Schließen des Stromes in der Röntgenröhre (bis zu 1000 mA) unter Spannungen bis zu 10 kV.

b) Die Glättung der Hochspannung mit Kondensatoren.

c) Die Vorteile, die aus dieser Grundlage für die diagnostische Radiologie erwachsen, sind offensichtlich:

a) Ausbeute an Röntgenstrahlen

Bei geglätteter Hochspannung hat man die beste Ausbeute an wirksamen Röntgenstrahlen für eine gegebene, in der Röhre verbrauchte Energiemenge (siehe BEZIELER [30]; PFAHL [17]). Gleichspannung ohne Induktorglättung wird sonst nur angenähert von der 12-Ventilapparaten geliefert (Abb. 1c und d).

b) Dauer der Belichtungen

Die Dauer der Belichtungen wird bei sekundärer Schaltung der Gleichspannung von den Zeitkonstanten des Hochspannungstransformators und von der Netzfrequenz unabhängig. Damit wird es möglich, Belichtungszeiten, die kürzer als eine halbe Periode sind, mit Präzision zu schalten. Zugleich werden jene Überspannungen vermieden, die sonst bei Anlagen mit primärseitiger Relaischaltung beim Öffnen von so kurzen Zeiten durch Einschwingvorgänge im Transformator entstehen können.

c) Synchronisation der Belichtungen mit den zu untersuchenden Vorgängen

Die elektronische Steuerung, mit ihren im Vergleich mit mechanischen Schaltern kurzen Zeitkonstanten, ermöglicht die Synchronisation der Belichtungen mit allen,

selbst den raschesten zu untersuchenden Vorgängen, möglich. Dies ist besonders bei hohen Aufnahme-frequenzen (Angiographie, Röntgenkino) wertvoll, da dann der Stromfluß in der Röntgenröhre während des Filmvorschlusses unterbrochen werden kann und folglich sowohl die Strahlenbelastung des Patienten als auch die thermische Belastung der Röntgenröhre stark herabgesetzt werden (siehe z.B. JANKER [12]; BÖHME [3]; FENNER [8]; NOIX [16]).

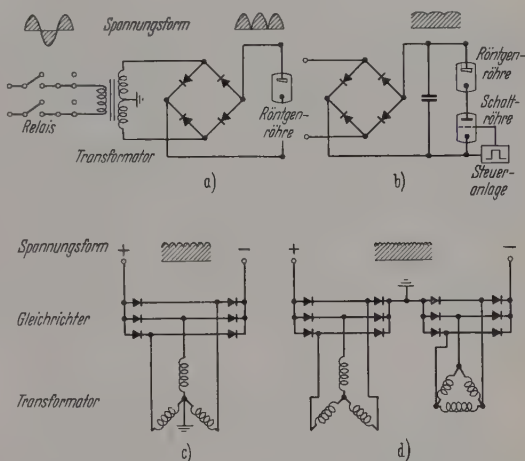


Abb. 1a—d. Prinzip-Schaltenschemen für Röntgenanlagen. a Vierweg-Gleichrichter, Schaltung primärseitig mit Relais. b Vierweg-Gleichrichter, Schaltung sekundärseitig mit Steuertriode, Hochspannung mit Kondensatoren geglättet. c Sechsweg-Gleichrichter für Drehstromnetze, nach BISCHOFF [2]. d Zwielfventil-Gleichrichter. Für Röntgenanlagen nur mit Trockengleichrichtern ökonomisch, nach BISCHOFF [2].

Bei Benützung von Belichtungsautomaten wird es auch möglich, jene Überbelichtungen zu vermeiden, die sonst durch die bei mechanischen Schaltern nicht mehr korrigierbaren Schaltverzögerungen entstehen (siehe z.B. STEVE [25]; ZIELER [31]).

d) Stabilisierung der Röhrenspannung

Mit entsprechenden Schaltungen kann man schließlich auch die Spannung an der Röntgenröhre nahezu unabhängig von Netzschwankungen und Belastung vorausbestimmen und konstant halten, womit der letzte Unsicherheitsfaktor aus den elektrischen Aufnahmebedingungen herausgenommen wird.

Kürzere Belichtungszeiten als 1 msec sind nicht nötig, da für Aufnahmen mit gutem diagnostischen Wert zumindest 1 masec erforderlich ist (Abb. 2). Bei einer Belichtungszeit von 1 msec muß daher in der Röntgenröhre ein Strom von 1000 mA fließen, was der Maximalleistung der besten Hochleistungsrohre entspricht (Abb. 3). Auch die größte im Körper beobachtete Geschwindigkeit, die des Blutes, überschreitet nicht 100 cm/sec und trägt daher bei 1 msec Belichtungszeit nur unter den ungünstigsten Umständen mehr als die Folienunschärfe von 0,2 bis 0,5 mm zur Gesamtbild-

unschärfe bei (siehe z.B. NEMET und COX [15]). Versuche von DOTTER [7] und YOUNG [29] haben bestätigt, daß eine untere Grenze der Belichtungszeit von 1 msec für alle diagnostischen Zwecke ausreichend ist.

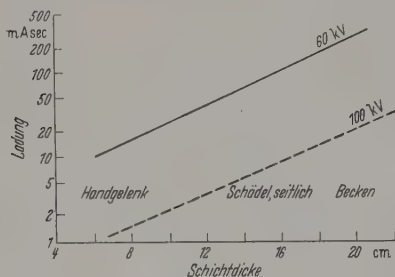


Abb. 2. Graphische Darstellung der Beziehung zwischen Körperdicke und mAssec-Werten für 60 kV (nach STIEVE [25]). Strichliert die daraus berechneten Werte für 100 kV unter der Annahme daß $K \cdot Q \cdot U^2 = \text{const}$ (K = Konstante, Q = Ladung in mAssec, U = Röhrenspannung) wenn bei verschiedenen Spannungen gleiche mittlere Schwärzung erhalten werden soll. Im obigen Beispiel steigt die Spannung von 60 auf 100 kV, d.h. um einen Faktor von etwa 1,67. Die für gleiche Schwärzung benötigte mAssec-Zahl sinkt daher auf etwa $1:(1,67)^2 = 1:1,2,8 = 0,078$

Belichtungszeiten bis zu 1 μsec herunter werden mit Röntgen-Blitzröhren erreicht (siehe z.B. SCHAAFFS [22]), die für spezielle Untersuchungen, besonders in

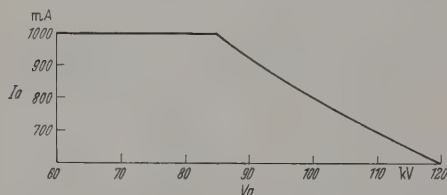


Abb. 3. Maximale Belastbarkeit einer handelsüblichen 50 kW Drehanodenröhre für Belichtungszeiten von 1 bis 5 msec. Kalte Anode; Belastung mit Rechteckimpulsen. (Nach ROGERS [20])

der Ballistik, nützlich sind. Die Stromstärken in diesen Röhren müssen etwa 10^3 Amp betragen, um der 1 mAssec-Bedingung zu genügen.

II. Schaltrohren

Grundsätzlich sind zwei Schaltungen für die elektronische Steuerung möglich und auch praktisch ausgeführt worden:

1) Eine oder zwei Schaltrohren (Trioden oder Tetroden) liegen in Reihe mit der Röntgenröhre (Abb. 1 b, 11 und 12).

2) Die Röntgenröhre selbst ist mit einem Steuer- gitter ausgerüstet (Abb. 9 und Kap. III).

Jede dieser Anlagen hat Vorteile und Begrenzungen, die sowohl von den Röhrencharakteristiken als auch von den zugehörigen Steueranlagen abhängen.

a) Trioden

Berechnet man nach dem Raumladungsgesetz $I_a = K \cdot (V_g + D \cdot V_a)^{3/2}$ (I_a = Anodenstrom; K = eine für die Geometrie der Röhre charakteristische Konstante; V_g = Gitterspannung; D = Durchgriff; V_a = Anoden- spannung; siehe z.B. ROTHE-KLEEN [21]) die Kenn- linie einer Triode, die etwa die Abmessungen eines normalen Ventils und einen Durchgriff von 10^{-2} bis

10^{-3} hat, so erhält man die Kurven der Abb. 4. Man sieht, daß auch bei einem relativ großen Durchgriff von 10^{-2} höhere Anodenströme (über 200 mA) ohne positive Gitterspannung erst bei beträchtlichem Spannungsabfall möglich werden. Diesem Spannungsabfall entspricht ein Leistungsverbrauch, der zusätzlich dem in der Röntgenröhre aufgebracht werden muß bei schwachen Speiseleitungen wegen Überlastungsstörung wirken kann. Sind die Speiseleitung das Netz aber ausreichend dimensioniert, so kann diesen Spannungsabfall zur Stabilisierung der Röhrenspannung verwenden (siehe Kapitel IV).

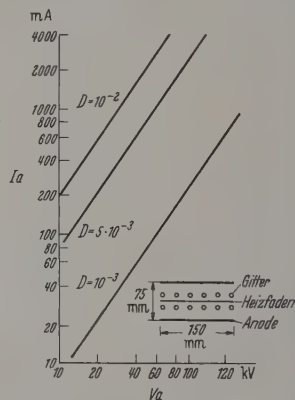


Abb. 4. Raumladungs-Charakteristiken $I_a = f(V_a)$, berechnet für Trioden mit den in der Abbildung angegebenen Abmessungen. Gitterspannung $V_g = 0$; Emission der Kathode ungesättigt. I_a = Anodenstrom; V_a = Spannungsabfall in der Röhre

Bemerkenswert ist noch, daß die maximale Belastung dieser Schaltrohren wie bei einer Röntgenröhre durch die Wärmekapazität und Wärmeabfuhr der Anode begrenzt ist. Weiterhin muß bei höherem Spannungsabfall (über 15 bis 20 kV) auf die Röntgenstrahlung geachtet werden, die von der Triode erzeugt wird.

Bei positiver Gitterspannung vermindert sich der Spannungsabfall in der Röhre; gleichzeitig fließt aber auch ein nicht unbeträchtlicher Gitterstrom, in der praktischen Anwendung kompliziertere Steueranlagen nötig macht.

Tabelle 1. Einige Kennwerte von Hochspannungs-Schaltrohren

	QUITTNER [18]	CONELLY [4]
Sperrspannung	100 kV	70 kV
Gitterspannung zum Sperren der Röhre	-630 V bei 100 kV	-400 V bei 70 kV
Anodenstrom (max)	500 mA bei $V_g = +130$ V und $V_a = 3$ kV	1500 mA bei $V_g = 0$ V und $V_a = 40$ kV
Reststrom		10^{-4} A bei $V_g = -400$ V und $V_a = 70$ kV
Dauerbelastung der Anode (max)		1200 W

Praktische Ausführungen solcher Röhren wurden von QUITTNER [18] und CONELLY [4] angegeben (Tabelle 1).

b) Tetroden

Verzichtet man auf die Möglichkeit, die Spannung der Röntgenröhre zu stabilisieren, so wird man bei der Konstruktion der Steuerröhre das Hauptgewicht legen auch bei den höchsten Stromstärken noch möglichst kleinen Spannungsabfall legen. Das wird meistens mit einer Schirmgitterröhre erreicht, wie sie von ROGERS [20] entwickelt wurde. Die Abb. 5 als Beispiel — aus der großen Zahl der möglichen Schaltungen — die Anoden- und Gitterströme als Funktion der Anodenspannung bei einer festen Schirmgitterspannung von 600 V. Wie man ersieht, muß man für höhere Anodenströme auch hier die Steuerspannung wählen.

Typische Betriebsbedingungen sind für diese Tetroden in der Tabelle 2 angegeben.

Tabelle 2. Typische Betriebsbedingungen einer Hochspannungs-Steuertetrode (nach ROGERS [20])

Steuer- spannung	125 kV
Anoden- spannung	— 350 V zum Sperren der Röhre bei 125 kV
Schirmgitterspannung	600 V
Steuergitterspannung	265 V bei Stromfluß
Spannungsabfall in der Röhre	1 kV bei 1000 mA Anodenstrom
Schirmgitterstrom	240 mA
Steuergitterstrom	380 mA

III. Röntgenröhre mit Steuergitter

Bei diesen Anlagen (Abb. 9) soll eine Steuerelektrode (Gitter) so in die Röntgenröhre eingebaut werden, daß

1. wie bei normalen Röntgenröhren ein wohl definierter Brennfleck entsteht;

2. die Steuerspannung am Gitter keine unhandlichen Werte annimmt (maximal etwa — 1000 V zum Sperren der Röhre);

3. der maximale Anodenstrom ungefähr dem einer normalen Röntgenröhre entspricht.

Wie bei der Entwicklung anderer Elektronenstrahlröhren liegt also das Problem vor, den Strahlstrom auf eine Ebene, möglichst genau eingehaltene Fläche auf der Anode zu konzentrieren. Weiterhin soll der Strahl eine hohe Ergiebigkeit $K = I/V^{3/2}$ aufweisen (I = Strahlstrom, V = Anodenspannung).

Untersuchungen in dieser Richtung sind von mehreren Autoren für Diagnostik- und Feinstrukturrohren veröffentlicht worden (BEESE [1]; GUINIER und DALLMANN [10]; PFAHL [17]; RÖHMILDT [19]; THORP [27], 28). JANKER [11] hat eine solche von GRAF und THORP entwickelte Röhre schon 1938 für die Röntgen-Kinematographie verwendet.

Gemeinsam ist allen diesen Versuchen, daß der Kathodenteller einer normalen Röntgenröhre als Steuergitter ausgebildet wird. Man isoliert ihn vom Heizfaden und gestaltet ihn so, daß beim Anlegen der entsprechend großen negativen Spannung der Anodenstrom gesperrt oder zumindest zu vernachlässigbar kleinen Werten reduziert wird.

Abb. 6 zeigt die Äquipotentialflächen und Elektronenbahnen in einem für eine Röntgenröhre bestimmten Elektrodensystem, so wie sie ohne Berücksichtigung der Raumladung berechnet wurden. Die experimentell gefundenen Werte der Brennfleckgröße stimmen allerdings von den berechneten um etwa eine Größenordnung ab.

Die Form der Elektroden sowie die Lage der Heizwendel (Kathode) im Kathodenteller bestimmen Form und Größe des Brennflecks (Abb. 7). Durch entsprechende Gestaltung kann man erreichen, daß bei einem Durchgriff von nur $5 \cdot 10^{-3}$ ein etwa 2 mm breiter Brennfleck erhalten wird, dessen Größe sich

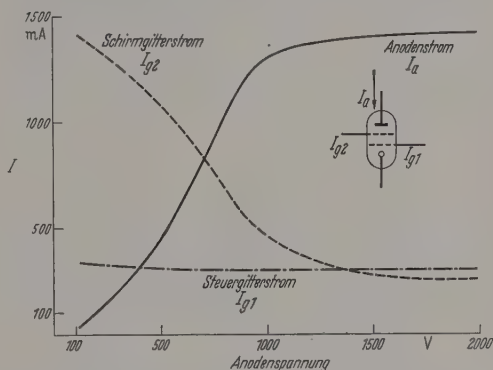


Abb. 5. Gitterströme I_g und Anodenstrom I_a als Funktion der Anodenspannung für Steuergitterspannung $V_{g1} = 300$ V und Schirmgitterspannung $V_{g2} = 600$ V einer Steuertetrode (nach ROGERS [20])

bei kleinen Deformationen des Heizfadens — wie sie im normalen Betrieb unvermeidlich sind — nur wenig ändert (PFAHL [17]).

Mißt man für ein solches System den Anodenstrom als Funktion der Anodenspannung, wenn eine Spannung

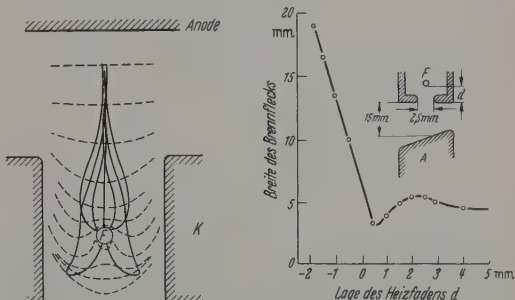


Abb. 6

Abb. 7

Abb. 6. Äquipotentialflächen und Elektronenbahnen für einen Heizfaden F von 0,3 mm Durchmesser, der in einem Kathodenteller K von 3,12 mm Dicke mit einem 2,5 mm weiten Spalt liegt. Spannung zwischen Kathodenteller und Heizfaden (V_g) = 0 V. Nach THORP [28]

Abb. 7. Breite des Brennflecks als Funktion der Lage des Heizfadens im Kathodenteller. Heizfaden (Kathode): Wolframdraht, 0,3 mm Durchmesser, gewandelt. Nach PFAHL [17]

$V_g = 0$ am Kathodenteller liegt und die Kathode mit dem durch eine annehmbare Lebensdauer begrenzten Heizstrom erwärmt wird, so erhält man die Kurve der Abb. 8. Sie steht in guter Übereinstimmung mit der Rechnung. Zum Vergleich wurden noch die Kurven für eine normale 40 kW Röntgenröhre eingetragen, bei der der Strom nicht durch die Raumladung, sondern die maximal zulässige Belastung der Anode begrenzt ist.

Wie man sieht, ist die maximale Stromstärke in der gittergesteuerten Röhre bei Anodenspannungen bis zu 80 kV kleiner als es für viele diagnostische Aufnahmebedingungen nötig ist.

Bei Serienaufnahmen, bei denen die Wärmekapazität des Anodentellers die Belastung begrenzt und die einzelnen Aufnahmen einer Serie unter der für eine

hre liegen, verwenden. Wie schon erwähnt, kann aber hier noch zusätzlich die an der Röntgen- liegende Spannung stabilisieren, indem man Spannungsabfall in der Steuertriode mit der ratorspannung größer oder kleiner werden läßt. ine Stabilisierung der Röhrenspannung sonst nur in verhältnismäßig großem Aufwand zu erreichen, at diese Schaltung den Vorteil, wirklich konstante, rden Netzverhältnissen und Variationen im Gene- t unabhängige Aufnahmebedingungen zu ge- leisten.

ür niedrigere Spannungen werden solche Schal- en häufig verwendet (siehe z.B. SEELY [24]), en hohe Spannungskonstanz erforderlich ist (Bei- it: Spannungsversorgung des Photovervielfachers Szintillationszählern, siehe auch Abb. 10).

bb. 11 zeigt das Schaltbild einer nach diesen rdsätzen gebauten, handelsüblichen Anlage, das at dem vorher Gesagten ohne weiteres verständ- list.

in größerer Aufwand wird notwendig, wenn das ter der Steuerröhre während des Stromflusses an re positiven Spannung liegen muß und folglich ein ierstrom fließt. Eine Möglichkeit, die hier nötige

lle 3. Gegenüberstellung der wichtigsten Eigenschaften der elektronischen Steueranlagen für Röntgenröhren

Steuertriode	Steuertetrode	Röntgenröhre mit Gitter
Hoher Spannungsabfall in der Steuerröhre	geringer Spannungsabfall in der Steuerröhre	—
Röhrenspannung stabilisiert	—	—
Röhre mit Gleichspannung gespeist (hohe Strahlenausbeute)	ebenfalls	ebenfalls
Aus Belichtungszeit elektronisch gesteuert	nur Belichtungszeiten von 1—5 ms elektronisch gesteuert	alle Belichtungszeiten elektronisch gesteuert
Röhrenströme einstellbar	nur hohe Röhrenströme mit elektronischer Steuerung einstellbar	bei niedrigen Spannungen Strom durch Raumladung auf relativ kleine Werte begrenzt

Steuerleistung dem Gitter zuzuführen, ist ein Impulstransformator, eine Lösung, die von ROGERS [20] zur Steuerung der von ihm entwickelten Tetrode gewählt wurde (Abb. 12). Die Anlage ist naturgemäß etwas komplizierter, da die verschiedenen Gitterspannungen spannungsseitig aufgebracht werden müssen. Abb. 13 zeigt Einzelheiten der Steueranlage; man sieht, daß der Steuerimpuls, der über den Impulstransformator übertragen wird, nicht nur das Gitter der Steuertetrode, sondern auch das einer Hilfsröhre steuert. Damit wird es möglich, die negative Gittervorspannungsquelle während der positiven Aussteuerung auszuschalten und den Leistungsbedarf der Steueranlage zu vermindern.

Da die Impulslänge wegen des Impulstransformators beschränkt variiert werden kann (1 bis 5 msec), wird für längere Belichtungszeiten die elektronische Steuerung abgeschaltet und der Hochspannungsgenerator über Kondensatoren direkt an die Röntgenröhre gelegt.

Im vorhergehenden wurde immer von den maximal möglichen Stromstärken in der Röntgenröhre gesprochen. Kleinere Stromstärken werden wie bei Anlagen mit mechanischen Schaltern durch die Heizung der Kathode eingestellt. Diese Heizung wird für jede der üblichen Spannungen und Stromstärken vorausbestimmt und in Registern festgelegt (Registertechnik).

Alle handelsüblichen Anlagen sind natürlich mit Sicherheitsvorrichtungen versehen, so daß bei Ausfall der negativen Sperrspannung die Hochspannung abgeschaltet wird.

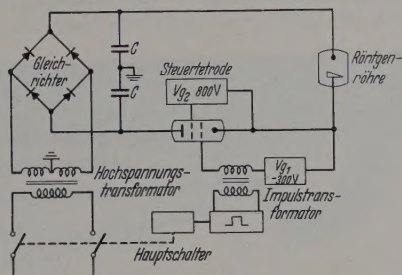


Abb. 12. Schema einer Steueranlage für die Hochspannung-Schalttetrode (nach ROGERS [20] umgezeichnet)

In der Tabelle 3 sind schließlich die wichtigsten Eigenschaften der elektronischen Steueranlagen zusammengestellt.

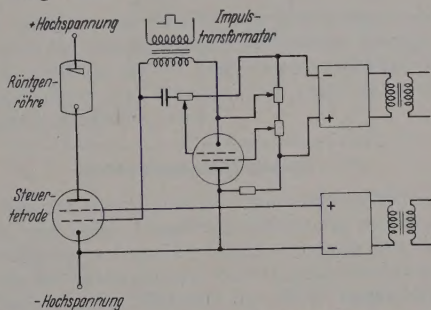


Abb. 13. Schema der Steuerung der Hochspannung-Schalttetrode (Nach ROGERS [20] umgezeichnet)

Abschließend soll noch darauf hingewiesen werden, daß fast alle neueren diagnostischen Röntgenanlagen mit Bildverstärkern ausgerüstet werden. Röntgenkino und Röntgenfernsehen werden daher an Bedeutung gewinnen und in Zukunft das elektronische Schalten der Belichtungszeiten eine Notwendigkeit machen.

Zusammenfassung

Nach einem kurzen Überblick über die wichtigsten Vorteile und Anwendungsgebiete der elektronischen Steuerung des Stromes in Röntgenröhren für die medizinische Diagnostik werden die wichtigsten Schalteröhren und Steueranlagen beschrieben, die in den letzten Jahren praktische Anwendung gefunden haben.

Literatur: [1] BEESE, N.C.: Rev. Sci. Instrum. 8, 258 (1937). — [2] BISCHOFF, K.: Röntgenblätter 9, 401 (1956). — [3] BÖHME, K.: Röntgenpraxis 11, 438 (1939). — [4] CONNELLY, F.C.: Brit. J. Radiol. 31, 510 (1958). — [5] DESSAUER, F.: Phys. Z. 10, 859 (1909); 13, 1101 (1912). — Röntgen-Taschen-

buch 2, 1 (1911). — *Experientia*, 1, 307 (1945). — [6] DOME, G., and H. D'HOOP: *Electronics*, 31, 76 (1958). — [7] DOTTER, C.T.: *Circulation* 12, 1034 (1955). — *Cathode Press* 13, 18 (1956). — [8] FENNER, E.: *Röntgenblätter* 7, 193 (1954). — [9] General Radiological: Beschreibung des Generators in Machinery Lloyd, Bd. 8a, 1951. — [10] GUINIER, A., and J. DAVEAU: *Revue Sci.* 81, 341 (1943). — [11] JANKER, R.: *Röntgenpraxis* 9, 58 (1937). — [12] JANKER, R.: *Röntgenpraxis* 11, 271 (1939). — [13] KLEMPERER, O.: *Electron Optics*. Cambridge: Cambridge University Press 1953. — [14] KLEYNEN, P.H.T.A.: *Philips Techn. Rev.* 2, 338 (1937). — [15] NEMET, A., u. W.F. COX: *Brit. J. Radiol.* 29, 335 (1956). — [16] NOIX, M.: *J. Radiol. Electrol.* 38, 447 (1957). — [17] PFAHL, A.: *Rev. Gén. Electr.* 66, 159 (1957). — [18] QUITTNER, V.: *Electronic Engng.* 22, 363 (1950). — [19] RÖMHILD, E.: *Doktorarbeit*, Hannover 1926. — [20] ROGERS, T.: *Cathode Press* 13, 12 (1956). — [21] ROTHE, K., u. W. KLEEN:

Hochvakuum Elektronenröhren, Bd. 1, Frankfurt: Akademische Verlagsgesellschaft 1952. — [22] SCHAAPS, W.: *Handbuch der Physik*, Bd. 30, S. 1—76. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1957. — [23] SCHWARZER, K., u. H. SCHÖD, W. P. 10513—219/17/01. — [24] SEELY, S.: *Electron-T Circuits*, 2nd ed. New York: MacGraw-Hill 1958. — STIEVE, F.E.: *Röntgenblätter* 9, 325, 363 (1956). — STIEVE, F.E.: *Fortschr. Röntgenstr.* 87, 80 (1957). — THORP, J.S.: *J. Sci. Instrum.* 26, 201 (1949). — [28] THORP, J.S.: *Brit. J. Appl. Phys.* 1, 144 (1950). — [29] YOUNG, B. R. B. FUNCH, J.W. MacMoran, H. M. STAUFFER and M. J. OHEIMER: *Amer. J. Roentgenol.* 80, 375 (1958). — [30] ZIEGLER, *Röntgenblätter* 7, 292 (1954). — [31] ZIEGLER, E.: *Fortschr. Röntgenstr.* 86, 382 (1957). —

Dr. Dr. ARNOLD PFAHL,
235 South Harrison Street, East Orange
New Jersey, USA

Die Bestimmung der Querdehnzahl eines spannungsoptisch aktiven Materials durch einen spannungsoptischen Versuch.

Von HANS BUFLER

Mit 4 Textabbildungen

(Eingegangen am 24. Februar 1960)

1. Einleitung

Die Poissonsche Zahl m wird im allgemeinen durch Messung der Längsdehnung ε_y und der Querdehnung ε_x

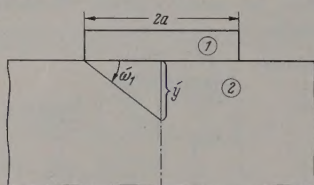


Abb. 1. Halbscheibe mit Randversteifung

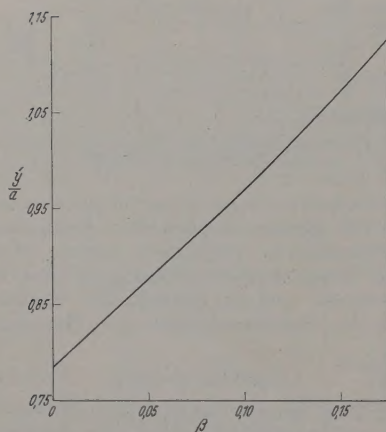


Abb. 2. Die Lage der Nullisochromate (y'/a) in Abhängigkeit vom Parameter β für den betrachteten Belastungsfall

eines in y -Richtung auf einachsigen Zug beanspruchten Probestabes gemäß der Beziehung

$$\frac{1}{m} = \nu = - \frac{\varepsilon_x}{\varepsilon_y}$$

bestimmt. Den Reziprokwert von m bezeichnet man als Querdehnzahl ν . ν kann auch aus dem Elastizitätsmodul E und dem (z.B. durch einen Torsions-

versuch ermittelten) Schubmodul G entsprechend

$$\nu = \frac{E}{2G} - 1$$

errechnet werden.

Im folgenden wird gezeigt, wie man die Querdehnzahl eines spannungsoptisch aktiven Materials auf optischem Weg finden kann.

2. Theoretischer Zusammenhang zwischen der Querdehnzahl und der Lage der Nullisochromate in einer randversteiften Halbscheibe

Wir betrachten den Verlauf der Hauptspannung τ_H in einer unendlichen Halbscheibe, den Rand durch einen im Vergleich zur Scheibe als starr zu betrachtenden Stab der Länge $2a$ versteift (s. Abb. 1).

In dem bei der Temperatur t_0 spannungsfreie Verbundkörper Scheibe—Stab werden bei Änderung der Temperatur um den Betrag t — falls Scheibe und Stab verschiedene Wärmeausdehnungszahlen besitzen — Spannungen erzeugt. Der dadurch hervorgerufene Spannungszustand ist als Sonderfall in [dort Beanspruchungsart V mit $\sigma_{01} = \sigma_{02} = 0$ und (Elastizitätsmodul des Stabes) $\rightarrow \infty$] enthalten. In nach gilt längs der y' -Achse für die Hauptschubspannung τ_H mit den dort verwendeten Bezeichnungen

$$\begin{aligned} \frac{\tau_H}{\sigma_v/2} &= \frac{(\sigma_y)_2 - (\sigma_x)_2}{\sigma_v} \\ &= -\cos \omega'_1 \cdot \left\{ \frac{1 + 4\beta^2}{2} \cdot \sin 2\omega'_1 \cdot e^{-\beta(\pi - 2\omega'_1)} + \right. \\ &\quad \left. + \operatorname{tg} \omega'_1 \cdot \operatorname{Co} \beta(\pi - 2\omega'_1) - \right. \\ &\quad \left. - 2\beta \cdot \operatorname{Si} \beta(\pi - 2\omega'_1) \right\} + 1. \end{aligned}$$

$(\sigma_x)_2$ und $(\sigma_y)_2$ sind die Normalspannungen der Scheibe in x - bzw. y -Richtung, σ_v ist die Abkürzung für

$$\sigma_v = E_2 \cdot (\alpha_2 - \alpha_1) \cdot t,$$

E_2 bedeutet den Elastizitätsmodul der Scheibe, bzw. α_1 den Wärmeausdehnungskoeffizienten

be bzw. des Stabes, β einen werkstoffabhängigen Parameter und ω_1' den mit der Koordinate y' durch $\omega_1' = y'/a$ zusammenhängenden Winkel (s. Abb. 1). Trägt man gemäß obiger Gleichung τ_H über ω_1' y'/a auf, so sieht man, daß τ_H genau eine Nulllinie besitzt. Die Bedingung $\tau_H = 0$ (in der Spannungsoptik wird $\tau_H = 0$ durch die Nullisochromate repräsentiert) liefert eine Beziehung zwischen dem Parameter β und dem Winkel ω_1' bzw. der dimensionslosen Koordinate y'/a . Diese Ab-

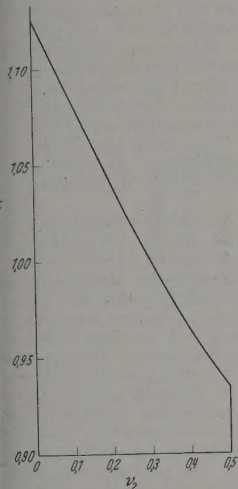


Abb. 3. Zusammenhang zwischen der Querdehnzahl v_2 der Scheibe und der Lage der Nullisochromate beim betrachteten Belastungsfall

hängigkeit wurde numerisch ermittelt und ist in Abb. 2 im Bereich $0 \leq \beta \leq \frac{\ln 3}{2\pi}$ dargestellt. Andererseits läßt sich nun für $E_1 \rightarrow \infty$ (diesen Fall betrachten wir hier nur) der Parameter β allein durch die Querdehnzahl v_2 der Scheibe ausdrücken (vgl. [1]):

$$v_2 = 1 - 2\mathfrak{Lg} \pi\beta.$$

Setzt man in dieser Gleichung β durch y'/a gemäß Abb. 2, so erhält man Abb. 3, welche den Zusammenhang zwischen der Querdehnzahl v_2 der Halbscheibe und der Lage der Nullisochromate y'/a liefert.

3. Spannungsoptischer Versuch

Zur Realisierung des unter Ziff. 2 diskutierten Spannungszustandes wurde auf eine Platte aus Araldit B¹ (Dicke 0,4 cm, Länge 68 cm, Breite 42 cm)

¹ Araldit B ist ein wärmehärtendes Äthoxylinharz, das nach Zugabe des Härters bei erhöhter Temperatur polymerisiert.

als Halbscheibe ein Stahlstab der Länge $2a = 10$ cm bei der Temperatur von 90° C mit wärmehärtendem Araldit B aufgeklebt² (das E -Moduln Verhältnis Araldit—Stahl ist etwa 0,014 und entspricht damit weitgehend unserer Voraussetzung). Der Verbundkörper Scheibe—Stab wurde daraufhin bei 90° C solange im Wärmeofen belassen, bis eine feste Verbindung zustande kam (etwa 30 Std). Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur entstand das in Abb. 4 dargestellte Isochromatenbild (wegen der hohen Spannungsspitzen in den Ecken ist an diesen Stellen das Lösen von Stab und Platte leicht möglich, was eine Wiederholung des Versuchs erfordert). Daraus entnimmt man die Lage der Nullisochromate zu

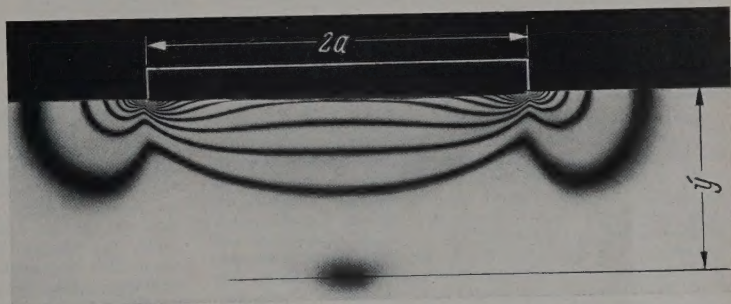


Abb. 4. Isochromatenaufnahme (Wärmespannungen in einer durch einen Stahlstab der Länge $2a$ versteiften Aralditscheibe)

$y'/a = 0,965$, was gemäß Abb. 3 die Querdehnzahl $v_2 = 0,4$ der verwendeten Aralditplatte bedingt. Bemerkte sei noch, daß die Aralditplatte vollkommen spannungsfrei und homogen sein muß, da sonst das Ergebnis verfälscht wird.

Zusammenfassung

Aus der einem einfachen spannungsoptischen Versuch, der keine Belastungsvorrichtung erfordert, zu entnehmenden Lage der Nullisochromate läßt sich die Größe der Querdehnzahl des verwendeten spannungsoptisch aktiven Materials mit Hilfe eines dafür errechneten Diagramms bestimmen.

Literatur: [1] BUFLER, H.: Ing.-Arch. 29 (1960).

Dr. HANS BUFLER,
Institut für technische Mechanik der TH München

² Diese Temperatur darf nicht wesentlich überschritten werden, da Araldit sonst gummielastisch wird.

Buchbesprechungen

Conn, M.W.: Technische Physik der Lichtbogenschweißung einschließlich der Schweißmittel. (Technische Physik in Einzelstellungen Band 13.) Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer; München: J.F. Bergmann 1959. XII, 386 S. u. 231 Abb. 59. Gzl. DM 58.—.

„Beim Studium der Lichtbogenschweißung findet man eine Fülle von außerordentlich interessanten Erscheinungen. Vielfach sind in der stürmischen Entwicklung der letzten Jahre die praktischen Erfahrungen der Technik den theoretischen Kenntnissen weit vorausgeeilt, so daß auch jetzt noch viele

der beobachteten Phänomene ungeklärt sind. Diese Monographie sucht nun eine doppelte Aufgabe zu erfüllen. Einerseits wird versucht, dem technischen Physiker einen Überblick über den Stand der Forschung auf diesem Gebiet zu geben und die Anwendung grundlegender Erkenntnisse aufzuzeigen, andererseits sollen dem in der Schweißtechnik Tätigen Antworten auf Fragen nach dem ‚Warum‘ der Erfahrungen der Praxis gegeben werden“.

Dieser vom Verfasser im Vorwort umrissenen Aufgabenstellung wird das Werk ausgezeichnet gerecht. Es werden in

systematischer Weise eine Fülle physikalischer und technolo-
gischer Probleme behandelt, die mit der Lichtbogenschweiß-
technik in Zusammenhang stehen und zum Verständnis der
praktischen Erfahrungen erforderlich sind. Man ist erstaunt
über den Umfang des Stoffes und erfreut, in welcher gründlicher
Weise selbst die zahlenmäßigen Angaben gebracht werden.
Im einzelnen werden behandelt: die Lichtbogenphysik, die
Elektroden, geschmolzene Schlacke, Rekombination, Asso-
ziation, Bildungswärme, Vorschmelzen des Zusatzwerkstoffes,
Kräfte und Werkstoffübergang, Schmelzbäder usw. Das Werk
schließt mit einem Kapitel über die Technik des Lichtbogen-
schweißens; nackte Elektroden, Schutzgasschweißung, Unter-
pulsverschweißung, Mantelelektroden, Selenelektroden. Was
das Werk nicht enthält, sind Arbeitsvorschriften zum prak-
tischen Schweißen. Jedem jedoch, der die physikalischen Vor-
gänge beim Lichtbogenschweißen zu verstehen sucht, kann
empfohlen werden, diesen Band 13 aus der von W. MEISSNER
herausgegebenen Reihe „Technische Physik in Einzeldarstel-
lungen“ zur Hand nehmen.

R. JAECKEL

Handbuch der Physik. Hrsg. von S. FLÜGGE. Band
XXXVIII/2: Neutronen und verwandte Gammastrahl-
probleme. 868 S. u. 338 Abb. Geb. DM 178.—.

Im Hauptteil des Bandes wird die Neutronenphysik von
E. AMALDI behandelt. In einem ausführlichen einleitenden
Abschnitt wird eine an die historische Entwicklung anschlie-
ßende Darstellung des ganzen Gebiets gegeben, die sich wie
ein Roman liest. Man spürt überall, daß der Verfasser die
ganze Geschichte des Neutrons als aktiver Experimental-
physiker selbst miterlebt hat. In reizvoller Weise wird uns
vorgeführt, wie die Erweiterung der Erkenntnis geschieht:
durch unerwartete Versuchsergebnisse, durch geplante Ver-
suche, die weitere Fragen an die Natur enthalten, durch Auf-
stellen und Prüfen einer ersten Theorie, aus der sich neue
experimentelle Fragen ergeben.

In den weiteren Abschnitten werden behandelt: Neutronen-
quellen, Verlangsamung der Neutronen an freien und, be-
sonders schön und gründlich, an gebundenen Atomen, sowie
die Diffusion thermischer Neutronen. Das ganze, zum Teil
technisch wichtige Gebiet wird vom Standpunkt des Physikers
behandelt. Aus dem umfangreichen Gebiet sind alle Versuche

und Theorien von allgemeiner Bedeutung zu einem Gesamt-
verarbeitet, das den Stand und die Grenzen unserer heuti-
gen Kenntnis aufzeigt. Der Artikel von AMALDI bietet nicht
jedem Physiker, der mit Neutronenphysik für Lehre und
Anwendung zu tun hat, die beste Hilfe; er enthält dort
hinaus alle Grundlagen und eine Menge von Anregungen
den, der selbst an der Erweiterung des Gebiets arbeitet,
allein ein hervorragender Handbucharthikel. Der zweite
Artikel, von UGO FANO, LEWIS V. SPENCER und MARTIN
BERGER behandelt den Durchgang von γ -Strahlen durch
Materie mit Betonung der mehrfachen Wechselwirkung in
ausgedehnten Medien, also des Strahlenabschirmungspro-
blems. Nach einer Behandlung der Elementarprozesse füllen Be-
rechnungsmethoden zur Strahlenausbreitung den größten
Teil des Artikels. Experimente erscheinen mehr am Rand.
Das Zusammenwirken von Experiment und Theorie schaut
auf diesem Gebiet nicht so gut zu sein wie in der Neutronen-
physik.

H. MAIER-LEIBNITZ

Müller-Lübeck, K.: Der Kathodenverstärker in der elektronischen Meßtechnik. Berlin-Göttingen-Heidelberg: Springer 1956. XI, 155 S. u. 129 Abb. Gzl. DM 24.—.

Die elektronischen Meßapparaturen bedingen häufig
Anwendung der Kathodenverstärker oder Kathodenfol-
genverstärker. Für den Experimentalphysiker ist es daher
begrüßenswert, in diesem Buch eine zusammenfassende Dar-
stellung der Grundlagen und Theorien der Wirkungsweise
Schaltung dieses Verstärkers, der zur Klasse der gegengekop-
perten Verstärker zählt, zu finden. Dadurch wird es ihm ersp-
acht, nach den in der Literatur verstreuten Arbeiten zu suchen.
Außer der Theorie des Kathodenverstärkers wird noch
einem Teil des Buches die Theorie der Spitzenwertgleich-
richtung eingehend behandelt. Der häufigen Anwendung
Schaltung in den neuen Vielfach- und Mehrzweck-Meßgerä-
ten für Gleich- und Wechselspannungs-Messungen wird in weite-
ren Kapiteln des Buches gründlich Rechnung getragen. Die Ver-
wendung des Kathodenfolgers in der Regeltechnik wird in
einer Darstellung nicht behandelt. Die eingehende Darstellung
Theorie ermöglicht aber durchaus, sich ein Bild über die Ver-
wirkelung und Anwendung für diese Zwecke zu machen.
Das Buch ist für jeden, der elektronische Meßtechnik verwen-
den möchte, zu empfehlen.

E. LUTZ